



# APLICAÇÃO

DE

MÉTODOS ANALÍTICOS

EM AMOSTRAS

DO COTIDIANO

E VERIFICAÇÃO DA

IMPLEMENTAÇÃO DA

NORMA ISO 17025

EM LABORATÓRIOS

DA CIDADE DA BEIRA

- MOÇAMBIQUE



CARLOS JOSÉ DOMINGOS ALFACE

JAIME ERNESTO NAENE

(ORG.)





Carlos José Domingos Alface  
Jaime Ernesto Naene  
(Org.)

**Aplicação de  
Métodos Analíticos  
em Amostras  
do Cotidiano e  
Verificação da  
Implementação da  
Norma ISO 17025  
em Laboratórios  
da Cidade da Beira  
- Moçambique**

**Diretora**  
Barbara Aline F. Assunção  
**Produção Gráfica**  
Editora Aluz  
**Capa**  
Editora Aluz  
**Diagramação**  
Editora Aluz  
**Revisão Técnica**  
Karoline Assunção  
**Jornalista Grupo Editorial Aluz**  
Barbara Aline F. Assunção, MTB 0091284/SP  
**Bibliotecária Responsável**  
Sueli Costa, CRB-8/5213

CARO LEITOR,

Queremos saber sua opinião sobre nossos livros.

Após a leitura, siga-nos no Instagram @revistarcmos e visite-nos no site [www.aluzciencia.online](http://www.aluzciencia.online)

Copyright © 2023 by Carlos José Domingos Alfacedo Jaime Ernesto Naene (Org.)

Todos os direitos desta edição reservados à Editora Aluz

Tv. Dona Paula, 13. Higienópolis.

01239-050 -São Paulo – SP

Telefone: (11) 94170-2995

[www.aluzciencia.online](http://www.aluzciencia.online)

[instagram.com/revistarcmos](https://instagram.com/revistarcmos)

#### Conselho Editorial

**Dr. José Crisólogo de Sales Silva.** São Paulo, Brasil.

**Dr. Jorge Adrihan N. Moraes.** Rio de Janeiro, Brasil.

**Dr. Eduardo Gomes da Silva Filho.** Roraima, Brasil.

**Dr. Ivanise Nazaré Mendes.** Rondônia, Brasil.

**Dr. Ivanildo do Amaral.** Assunção/PY.

**Dr. Luiz Cláudio Gonçalves Júnior.** São Paulo, Brasil.

**Dr. Maurício Diascâneo**

**Dr. Geisse Martins.** Flórida EUA.

**Dr. Cyro Masci.** São Paulo, Brasil.

**Dr. André Rosalem Signorelli,** Espírito Santo, Brasil.

**Me. Carlos Alberto S. Júnior.** Ceará, Brasil.

**Me. Michel Alves da Cruz.** São Paulo – Brasil.

**Me. Paulo Maia.** Pará, Brasil.

**Me. Hugo Silva Ferreira.** Minas Gerais, Brasil.

**Me. Walmir Fernandes Pereira.** São Paulo, Brasil.

#### REVISORES

Guilherme Bonfim. São Paulo, Brasil.

Felipe Lazari. São Paulo, Brasil.

#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Aplicação de Métodos Analíticos em Amostras do Cotidiano e Verificação da Implementação da Norma ISO 17025 em Laboratórios da Cidade da Beira - Moçambique

1. Ed – São Paulo: Editora Científica, 2023.

145p.

ISBN: 9786599491443

1. Métodos 2. Iso 3. Moçambique I. Carlos José Domingos Alfacedo II. Jaime

Ernesto Naene (Org.) III. Título

CDD-378

Índices para catálogo sistemático:

1. Educação

Grafia atualizada segundo o Acordo Ortográfico da Língua Portuguesa de 1990, que entrou em vigor no Brasil em 2009.

## Introdução

Este livro tem como objetivos seguintes, sendo o primeiro apresentar os métodos analíticos utilizados na caracterização química de amostras do cotidiano. A análise de amostras do cotidiano é importante para garantir a qualidade e segurança dos produtos que consumimos diariamente.

O segundo propósito deste livro tem como objetivo apresentar os métodos utilizados na verificação da implementação da norma ISO 17025 em laboratórios de ensaio e calibração. A norma ISO 17025 é uma norma internacional que estabelece os requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Este livro foi escrito por vários profissionais da Universidade Licungo e da Inspeção de Pescado de Sofala e várias instituições de ensino de Moçambique, com larga experiência no desenvolvimento de métodos de preparo de amostras de diversos materiais, visando à análise elementar e com alguma experiência na área de metrologia laboratorial e visa auxiliar os laboratórios na implementação da norma.

O livro está estruturado em onze capítulos sendo que nove relacionados a aplicações analíticas no cotidiano e dois relacionados com norma ISO 17025. Esperamos que este livro possa contribuir para o avanço da ciência e tecnologia em Moçambique, no Brasil no mundo em geral.

Carlos José Domingos Alface &  
Jaime Ernesto Naene  
(Organizadores)



## Capítulo I

# Estudo Comparativo do Teor de Ferro em *Abelmoschus esculentus* (Quiabo) produzidos no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi

António F. Mungofa

Carlos J. D. Alface

### Introdução

Segundo DOS SANTOS (2013), O quiabeiro é uma planta que pertence à família Malvaceae, e foi classificado por Linneu em 1737, como *Hibiscus esculentus*. Em 1974, Terrel & Winters o definiu como *Abelmoschus esculentus* L, e dentre os componentes responsáveis pela qualidade nutricional do fruto fresco estão os polissacarídeos como amido, a celulose e hemicelulose, fibras, proteínas, também é rico em vitamina A, B1, C e possui ainda o cálcio e o **ferro** (DOS SANTOS, 2013)

O Quiabo é rico em vitamina A importante para o bom estado da visão; vitaminas do complexo B, fundamentais para o processo de crescimento; além de cálcio, **ferro**, fósforo e cobre, importantes para a formação dos ossos, dentes e sangue<sup>1</sup>.

O **ferro** é um elemento muito essencial para o homem. É um constituinte da hemoglobina, mioglobina, hemoproteínas e várias enzimas. Suas principais funções biológicas esta na formação da hemoglobina do sangue e da respiração celular processos ligados ao transporte e armazenamento muscular de oxigênio e à produção de energia na forma de adenosina (ATP), a sua deficiência promove anemia ferropriva, alterações de ferritina, anorexia, sensibilidade óssea, prisão de ventre,

<sup>1</sup> DANTAS, Tiago. "Quiabo"; disponível em <http://brazilecola.uol.com.br/saúde/quiabo.htm>, acessado as 10:30h dia 29 de Outubro de 2016.

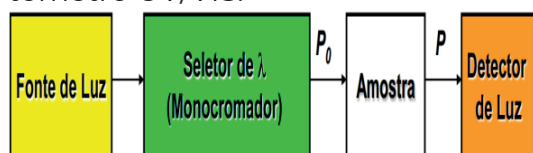
distúrbios digestivos, tontura, fadiga, problemas de crescimento, inflamação da língua, redução a resistência de infecções entre outros<sup>2</sup>.

São fontes de ferro, couve, algas marinhas, brócolos, grãos integrais ou enriquecidos, nozes, castanhas, feijão, frutas secas, figo entre muitos outros<sup>3</sup>.

Como pode se notar que os vegetais ou hortaliças é que maioritariamente concorrem como principal fonte de obtenção do ferro atendendo principalmente a população mais carente e desnutrida, e o quiabo em estudo por ser fácil de produzir e a custos baixos não estaria fora do conjunto dos alimentos que concorrem fortemente na aquisição do ferro.

A quantificação do analito (ferro) foi feito apos a leitura das absorvâncias no espectrofotômetro UV-Vis e construção da curva de calibração do padrão. O espectrofotômetro é um instrumento que permite comparar a radiação absorvida ou transmitida por uma solução através da passagem de um feixe de luz monocromática, como mostra a figura abaixo:

**Figura 01:** Esquema de funcionamento de um espectrofotômetro UV/VIS.



**Fonte:** Adaptado de Saran (2012)

O doseamento de espécies recorrendo à espectroscopia baseia-se na lei de Lambert- Beer, a qual relaciona a quantidade de radiação UV-VIS absorvida com a concentração de uma dada espécie absorvente em solução:

$$A = \epsilon \cdot l \cdot C$$

2 <http://todabiologia.com/saude/ferro>, acessado as 07:15h dia 20 de novembro de 2016.

3 <http://nautilus.fis.uc.pt/st2.5/scenes-p/elem/e02640.html> acessado as 07:20h dia 20 de Novembro de 2016.



Onde:  $A$  - é a absorvância;  $l$  - é a caminho óptico (cm);  $c$  é a concentração da espécie absorvente ( $\text{mol L}^{-1}$ ) e  $\epsilon$  - é o coeficiente de absorção molar ( $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ ) que é função da espécie absorvente e do comprimento de onda da radiação e é independente da concentração.

A lei de Lambert-Beer permite, portanto, determinar a concentração de substância presente numa dada amostra, conhecendo os valores do coeficiente de absorção molar e do comprimento da célula e medindo a absorvância com um espectrofotômetro.

A pesquisa realizada na Universidade Pedagógica- Delegação da Beira no âmbito de culminação do Curso de Licenciatura em Ensino de Química com Habilitações em Gestão de Laboratório procura comparar o teor de ferro entre quiabos produzidos no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi com vista a oferecer a sociedade e a comunidade científica o conhecimento do poder nutritivo do teor de ferro presente em quiabos das regiões em estudo assim como oferecer dados nutricionais que sirvam de apoio para a formulação de dietas nutricionais, terapêuticas e desenvolver bons hábitos alimentares minimizando os problemas da deficiência de ferro e da anemia ferropriva na população assim como reduzir os custos na procura de alimentos como carnes, feijão, leite com teor de ferro consideravelmente alto através do consumo de quiabos localmente produzidos.

## **Metodologias de pesquisa**

Para materialização da pesquisa aplicou-se os seguintes métodos:

### **Método bibliográfico**

Que é desenvolvido com base em material já elaborado, constituído principalmente de livros e artigos científicos (GIL, 2002). Na presente pesquisa o método

consistiu em levantamento ou revisão de literaturas, livros e material diversificado disponível relacionado ao tema de quiabos, informações relacionadas a técnicas de análise de ferro em alimentos vegetais bem como das informações referentes ao princípio de funcionamento do espectrofotômetro ultravioleta visível o qual foi usado na determinação do teor de ferro.

### **Método estatístico**

Segundo GIL (2002) este método consiste essencialmente em possibilitar uma descrição quantitativa da população, considerada como um todo organizado, o mesmo se fundamenta na aplicação da teoria estatística da probabilidade e constitui importante auxílio para a investigação.

Após as análises laboratoriais que consistiram na determinação do teor de ferro em quiabos, foi aplicado o método estático que possibilitou no tratamento de todos os dados testados e na interpretação de tabelas tanto como gráfico. Para tal usou-se o teste T (T-Student) que consistiu em testar as hipóteses levantadas.

### **Observação**

Segundo LAKATOS (2003) a observação é uma técnica de coleta de dados para conseguir informações e utiliza os sentidos na obtenção de determinados aspectos da realidade. Esta técnica, consistiu em observar todas evidências disponíveis nas regiões do estudo desde tipo de produção (orgânico ou convencional), variedades de quiabos produzidos e suas respectivas características até ao processo de coleta de amostras de quiabos.

## **Amostragem**

Segundo MARCONI & LAKATOS (2003), amostra é uma parcela, conivente selecionada do universo (população); um subconjunto do universo”.

Para a determinação do teor de ferro em quiabos na presente pesquisa foram colhidos num único dia do mês de dezembro de 2016 as amostras de *Abelmoschus esculentus*.

## **Método experimental**

Segundo GIL (2002) o método laboratorial consiste em determinar um objeto de estudo, selecionar as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definir as formas de controlo e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto.

Nesta pesquisa consistiu especialmente, em submeter as amostras de quiabos a análise laboratorial, em condições controladas através da técnica de espectroscopia-Tiocianato na região ultravioleta visível com o espectrofotómetro UV/VIS mini-1240 de marca SHIMADZU do laboratório de Química da UP- Beira para determinar-se o teor de ferro em amostras de quiabos provenientes do Posto Administrativo de Tica e da Vila do Búzi.

## **Métodos de análise**

Na presente pesquisa foi usado a prior o método gravimétrico que consistiu na pesagem, determinação do teor de umidade e calcinação das amostras já trituradas e bem homogeneizadas e o método de espectroscopia- tiocianato que visou o tratamento das amostras tanto como do padrão e por fim a sua respectiva leitura no espectrofotómetro.

## **Padrão stock para determinação do ferro pelo método de espectroscopia - tiocianato**

A presente pesquisa visa determinar a concentração de ferro nas amostras de quiabos. Como o ferro não absorve na região do visível, será primeiro transformado num complexo que, esse sim, absorve na região do visível. Esse complexo é obtido por reação do Fe (III) com ião tiocianato (SCN<sup>-</sup>). E maior parte dos compostos de metais de transição são complexos e muitos iões complexos incluindo os de ferro (Fe) são coloridos, onde os sais ferrosos são amarelos e sais férricos são vermelhos. ARÃO (2011)

A fonte comum de Fe<sup>2+</sup> mais usada em laboratório é o sal de Mohr, NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.12H<sub>2</sub>O uma vez que este sal apresenta maior resistência a oxidação. HUMBERTO (2014) apud ALVES (2000)

Os principais estados de oxidação do ferro são (+2) e (+3) e a forma, mas estável do ferro em soluções é o estado 3+. AZEREDO (2013)

O ião Fe<sup>2+</sup> em solução aquosa tende a oxidar-se à Fe<sup>3+</sup> na presença de oxigênio dissolvido e do ar, HUMBERTO (2014) apud MARTINS (2000). A solução padrão foi preparada com adição do tiocianato de potássio que complexa o Fe<sup>3+</sup> tomando a coloração vermelha e a oxidação do ferro Fe<sup>2+</sup> à Fe<sup>3+</sup> é garantida pela presença de oxidantes fortes como o permanganato de potássio, devendo existir ácidos fortes para reprimir a hidrólise do ferro.

### **Parte experimental**

Após a colheita das amostras foram conservadas e transportadas em condições adequadas desde dos locais de colheita até ao laboratório, antes das análises as amostras foram lavadas, secas na estufa (105° C em 4h) e calcinadas na mufla (510° C em 4h) encontrada no

laboratório, em seguida foram preparadas as soluções padrão e soluções das amostras de quiabos e posteriormente foi feita a leitura das absorvâncias no espectrofotômetro ultravioleta visível para posterior calcular-se as concentrações de ferro em amostras analisadas.

Para isso foram preparados os materiais, solução de ácido clorídrico a 1M, solução de permanganato de potássio a 0,1M, a solução do padrão, determinou-se o teor de umidade e foi feita a leitura espectrofotométrica.

**Figura 02:** Balões de 100ml com solução padrão de ferro após tratamento



**Fonte:** Autores, 2023

Após o tratamento foram feitas as leituras das absorvâncias dos padrões e das amostras a 500 nm e registou-se os resultados da leitura, de seguida realizou-se o tratamento estatístico dos resultados como segue abaixo descrito.

## **Tratamento estatístico dos dados**

### **Teste - T**

O teste T-Student ou simplesmente teste T é um teste de hipótese que usa conceitos estatísticos para rejeitar ou não uma hipótese nula quando a estatística de teste T segue uma distribuição t-student. Essa premissa é normalmente usada quando a estatística de

teste, na verdade, segue uma distribuição normal, mas a variância da população é desconhecida.

## Absorvância

Segundo (SKOOG) **Absorvância**, também chamada de **absorbância**, **A** é Logaritmo da razão entre a potência inicial de um feixe de radiação  $P_0$  e sua potência,  $P$ , após ter atravessado um determinado meio.  $A = \log(P_0/P)$ . O tratamento estatístico dos dados foi feito após a leitura das absorvâncias no espectrofotômetro que partiu desde o cálculo do limite de confiança a 95%, usando as seguintes equações abaixo.

**Teor de umidade %Th = x 100** onde: % = porcentagem, **Th** = teor de umidade, **ph** = peso úmido, **ps** = peso seco.

**Média** = Onde: = Média da amostra,  $X_i$  = Medida,  $N$  = número de medidas

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Onde:  $S$  = Desvio padrão, = Média das amostras,  $X_i$  = Medida e  $N$  = Grau de liberdade

**Desvio padrão relativo**  $S_r$  = Onde:  $S_r$  = Desvio padrão relativo,  $S$  = Desvio padrão e = Média

**Coefficiente de variação**  $CV = * 100$  Onde:  $CV$  = Coeficiente de variação,  $S$  = Desvio padrão e = Média

**Somatório** Onde: Somatório,  $S$  = Desvio padrão,  $t_x = t$  de Student e  $n$  = grau de liberdade

**Limite de confiança**  $LC =$  ; Onde:  $LC$  = Limite de confiança, Somatório e = Média. Tendo fornecido os seguintes dados abaixo:

**Tabela 01:** Resultados de tratamento estatísticos dos dados

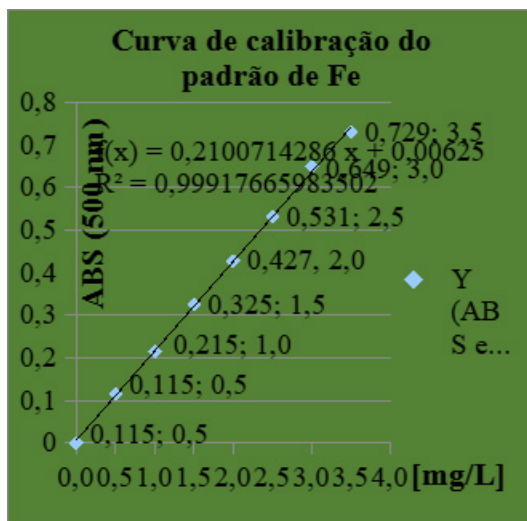
Amostra Analisa	Absorvências				S	Sr	CV	LC 95%	TH%		
	1ª	2ª	3ª	4ª							
QT	0,462	0,462	0,459	0,438	0,455	0,012	0,03	3	0,019092	0,435908 à 0,474092	34,98
QB	0,179	0,186	0,179	0,185	0,182	0,004	0,02	2	0,006364	0,175636 à 0,188364	35,04

Fonte: Autores, 2023

## Apresentação e discussão dos resultados

Segundo MOURA et al., (2007), o íon férrico,  $Fe^{3+}$ , forma complexos corados com o íon tiocianato,  $SCN^-$ , que absorvem fortemente a 500 nm, comprimento de onda ao qual nem o  $Fe^{3+}$  nem o  $SCN^-$  absorvem. Com esta informação e com as absorvências obtidos a 500 nm nas leituras espectrofotométricas foi construída no Microsoft Excel a curva de calibração abaixo que relaciona a concentração do padrão de Ferro preparado e as suas respectivas absorvências.

**Gráfico 01:** Curva de calibração do padrão de ferro



**Fonte:** Autores, 2023

O cálculo do teor de ferro em miligramas por litro tanto como em g/100g das amostras de quiabos analisadas foi feito a partir da equação da reta abaixo obtida pela curva de calibração padrão de ferro construída acima.

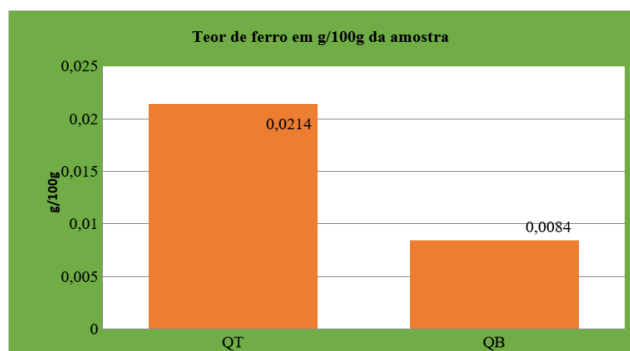
Equação da reta da curva padrão de ferro:  $y = 0,2101x + 0,0062$  com o coeficiente de determinação igual  $R^2 = 0,9992$ , que indica a linearidade da variação das absorvâncias dos padrões preparados que são explicadas pela variação da concentração do teor de ferro nos padrões, onde Y é a absorvância e X é a concentração de ferro em mg/L.

Tomando a equação da reta  $y = 0,2101x + 0,0062$  obtido pela curva de calibração foram calculadas as quantidades do teor de ferro em mg/L em cada amostra analisada, tendo sido encontrados os seguintes valores: 2,14 mg/L para quiabos de Tica e 0,84 mg/L para quiabos de buzi que equivalem **0,0214g<sub>(Fe)</sub>** e **0,0084g<sub>(Fe)</sub>** para quiabos de tica e buzi respetivamente em cada 100



grama que permitiram a construção do gráfico abaixo.

**Gráfico 02:** Comparação do teor de ferro em g/100g das amostras de quiabo analisadas.



**Fonte:** Autores, 2023

Com base nos dados apresentados no gráfico acima, que apresenta o teor de ferro em g/100g das amostras de quiabos analisadas mostram que os quiabos de Tica apresentam maior teor de ferro que os de Búzi, apresentando os valores de 0,0214 e 0,0084 gramas de ferro para quiabos de Tica e Búzi respectivamente, o que indica que o teor de ferro nos quiabos de Tica é três (3) vezes maior que os de Búzi, mesmo com os resultados obtidos tanto os quiabos de Tica como os de Búzi apresentam maior teor de ferro quando comparados os valores obtidos na presente pesquisa com o valor apresentado por BEVILACQUA apud FRANCO que diz em 100g de quiabos têm 0,5mg ou 0,0005g de ferro.

Os teores de 0,0214 e 0,0084 gramas de ferro em 100 gramas de quiabos de Tica e Búzi respectivamente da pesquisa estão dentro do padrão recomendado para a ingestão de cordo com os dados da tabela de ingestão dietética de referência apresentado por Chimoio (2014) apud Viana (2010).

Os resultados obtidos na presente pesquisa tanto para os quiabos de Tica como para os de Búzi podem

estar associados pela época de colheita das amostras, pois segundo DOS SANTOS, (2013) os quiabos colhidos no período de Maio/Junho e Dezembro/Janeiro apresentaram maiores concentrações de ferro (Fe) e zinco (Zn).

Para se testar as hipóteses levantadas na presente pesquisa foi ainda aplicado o Teste T (t-Student) para duas amostras que consistiu na determinação do p-valor fixando-se primeiramente o nível de significância de 5% ou 0,05 ( $\alpha = 5\%$  ou 0,05), pois segundo LAKATOS (2003) em geral, é suficiente realizar a mensuração em 5 ou 10% do tamanho da amostra, dependendo, é claro, do número absoluto dos processos mensurados.

Como as hipóteses foram levantadas de forma positiva e negativa, o teste T permitiu determinar o P-valor de modo que possa se aceitar ou rejeita as hipóteses com as seguintes condições:

- ◆ Se o P-valor for menor que o nível de significância aplicado, ou seja, se  $P\text{-valor} < \alpha$ , rejeita-se a hipótese nula ou negativa ( $H_0$ ) levantada no presente trabalho e aceita-se a hipótese afirmativa ( $H_1$ );
- ◆ Se o P-valor for maior que o nível de significância aplicado, ou seja, se  $P\text{-valor} > \alpha$ , não se rejeita a hipótese nula ou negativa ( $H_0$ ) levantada no trabalho o que indica que não existem dados estatisticamente significativas para rejeitar-se a hipótese nula, e para a presente pesquisa temos as seguintes hipóteses levantadas:

**$H_1$ :** Existe diferença significativa em teor de ferro entre quiabo produzido no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi.

**$H_0$ :** Não existe diferença significativa em teor de ferro entre quiabo produzido no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi. Deste modo os resultados do Teste – T (t-Student) estão apresentados na tabela a seguir.

**Tabela 02:** Teste-T

Duas Amostras	Amostras	
	QT	QB
Média	0,45525	0,18225
Observações	4	4
Gl	6	
P(T<=t) uni-caudal	1,53928.	

**Fonte:** Autores, 2023

O resultado obtido na tabela acima através do teste (T) mostra que P-valor é igual a 1,53928 e é inferior ao valor de  $\alpha$  ou ao nível de significância aplicado que é igual a 0,05, ( $1,53928. < 0,05$ ) rejeitando-se assim a hipótese nula levantado, ou seja rejeita-se a hipótese de que não existe diferença significativa em teor de ferro entre quiabos produzido no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi e aceita-se a hipótese de que existe diferença significativa em teor de ferro entre quiabos produzidos no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi.

## CONCLUSÕES

Feitas as análises laboratoriais com amostras de quiabos produzidos no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi a fim de se determinar o teor de ferro presente e testar as hipóteses levantadas no presente trabalho, chega-se as seguintes conclusões:

- ◆ Os quiabos produzidos no Posto Administrativo de Tica analisados neste trabalho apresentam um teor de ferro igual a 2,14mg/L o que corresponde a 0,0214g/100g.
- ◆ Os quiabos produzidos na Vila do Búzi analisados neste trabalho apresentam um teor de ferro igual a 0,84mg/L o que corresponde a 0,0084g/100g.

- ◆ Os resultados obtidos em teor de ferro de quiabos produzidos no Posto Administrativo de Tica e na Vila do Búzi permitem aceitar a primeira hipótese de que existe diferença significativa entre o teor de ferro nos quiabos produzidos no Posto administrativo de Tica e na Vila do Búzi, sendo os de Tica com maior teor de ferro em relação aos da Vila do Búzi.

## REFERÊNCIAS

- ARÃO, José. Texto de apoio de Química Inorgânica II. Universidade Pedagógica – Beira, 2007.
- CHIMOIO, Humberto S. E.; Determinação do Alimento Rico em Ferro entre a mandiocueira, Beterraba e Canana para Suplementar a sua Deficiência no Organismo Humano. Beira, 2014.
- DANTAS, Tiago. “Quiabo”; Brasil Escola. Disponível em <<http://brasilecola.uol.com.br/saude/quiabo.htm>>. Acesso em 29 de Janeiro de 2017, as 10:30H
- DOS SANTOS, Ivanice Ferreira, Determinação e Avaliação Quimiométrica da Composição mineral do Abelmoschus Esculentus L Comercializado na Cidade de Salvador, Dissertação (Mestre em Química) – Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2013.
- FERREIRA, Nubia Marisa, Composição Mineral Foliar do quiabeiro sob lâminas de irrigação, adubação orgânica e cobertura morta do solo, Monografia apresentada ao Curso de licenciatura plena em Ciências Agrárias da Universidade Estadual da Paraíba, 2014.
- GIL, António Carlos. Como Elaborar Projectos de Pesquisa. 4ª Ed, São Paulo, Atlas S.A. 2002.
- <http://mundoeducacao.bol.uol.com.br/saude-bem-estar/propriedades-quiabo.htm> acessado as 07:27 dia 20 de 11 de 2016.
- <http://nautilus.fis.uc.pt/st2.5/scenes-p/elem/e02640.html> acessado as 07:20 dia 20 de 11 de 2016.
- LOVATO, Adalberto; EVANGELISTA, Mário Luiz Santos e GÜILLICH, Roque Ismael da Costa. Metodologia da Pesquisa: norma para apresentação de trabalhos: Redacção, formatação e editoração. 2ª Edição, 2007.
- MARCONI, Mariana de Andrade. LAKATOS, Eva Maria. Metodologia científica. 5ª Edição- revista e ampliada,

Edição Atlas, São Paulo, 2009.

MUŞTRA, C. de Jesus G. de Oliveira. Aplicação da técnica de espectrofotometria de absorção atômica na análise de metais e metalóides em amostras biológicas, tese apresentada a Universidade de Lisboa- Faculdade de Medicina de Lisboa, 2009. 123-136p.

RODRIGUES, Ruben Cassel. Métodos de Análises Bromatológicas de Alimentos: Métodos Físicos, Químicos e Bromatológicos, 1ª Edição, Pelotas RS: Embrapa Clima Temperado, Dezembro, 2010. 177p.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J., CROUCH, S. R. Fundamentos de Química Analítica. 8ª Edição, São Paulo: Cengage Learning, 2006.

VOGEL, A. I. Análise Química Quantitativa. 5a Edição, Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1992.



## Capítulo II

### **Estudo comparativo de dois procedimentos de preparo de amostras (digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por Espectrofotometria UV-Vis.**

Manuel Lino Matute  
Carlos J. D. Alface

#### **INTRODUÇÃO**

O ferro é o quarto elemento metálico mais abundante com  $Z=26$  localizado VIII B, 4º período com massa molar de  $55,845 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ . Sendo identificado em dois estados de oxidação: ferroso  $\text{Fe}^{2+}$  e férrico  $\text{Fe}^{3+}$ . (FISBERG et al., 2008).

Nos processos de determinação de  $\text{Fe}^{2+}$  é utilizado geralmente o sulfato ferroso amoniacal ou sal de Mohr,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , uma vez que este sal apresenta maior resistência a oxidação com o sistema ferro/tiocianato, em meio ácido que permite a exploração espectrofotométrica para a determinação de Fe (II), com o uso do ião tiocianato como complexante (MARTINS, 2002).

O trabalho objectiva comparar dois procedimentos de preparo de amostras (digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotômetro UV-Vis, com intuito de verificar se existe ou não uma diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostra.

## **Metodologia do trabalho**

A pesquisa baseou-se no método Bibliográfica e Experimental.

### **Pesquisa bibliográfica**

Este consistiu em coletar informações elaboradas a partir de material já publicados como livros, artigos, monografias, dissertações, teses, com assuntos relacionadas com o tema objetivando reunir dados que sirvam de base para a construção da investigação.

### **Método experimental**

Na pesquisa o método consistiu na recolha de dados experimentais executados no laboratório para a determinação de ferro na farinha de milho por duas técnicas, o de digestão via seca e extração usando centrífuga, envolvendo-se a gravimetria que consistiu na pesagem usando balança analítica, assim como a determinação de teor de umidade com base na estufa com temperatura entre 100°C e 102°C.

### **Digestão via seca**

Nesta técnica a amostra é queimada em forno mufla a temperaturas, que variam de 450-550°C pelo oxigênio do ar (que atua como agente oxidante), obtendo-se um resíduo inorgânico na forma de cinza solúvel em ácidos diluídos (FERRARINI, 2007 KRUG, 2006).

Em amostras voláteis são usados reagentes auxiliares de queima que podem acelerar a oxidação e prevenir a volatilização de componentes das cinzas e evitar reações entre componentes da cinza e o material dos cadinhos como ácido nítrico e o ácido sulfúrico concentrados, além de hidróxidos de metais alcalinos



ou alcalinos terrosos, carbonatos de metais alcalinos, nitrato de metais alcalinos terrosos e acetato de magnésio FERRARINI, 2007 apud KRUG, 2006

Os procedimentos de conversão de amostras sólidas em soluções verdadeiras para determinação elementar empregando técnicas espectrométricas podem ser divididos em procedimentos de tratamento por via úmida e por via seca

### **Extração usando centrífuga**

Uma outra maneira de preparo de amostra consiste em deixar o sólido finalmente dividido em contato com ácido para extrair os elementos de interesse e, após a centrifugação da suspensão, determiná-los diretamente no sobrenadante. Desta forma somente a solução é analisada, evitando a introdução de sólidos no equipamento e o uso de nebulizadores especiais para introdução da amostra.

## **Parte experimental**

### **Equipamentos, materiais e reagentes**

Espectrofotômetro, Balança analítica, Mufla, Fogão, Estufa, Dessecador, Centrifugador, Espátulas, Béqueres de 80, 100, 120 mL, Balões volumétricos de 100 e 1000 mL Funil, Seringas, Proveta de 100 mL, Bastão de vidro, Cadinhos de porcelana, Pinças metálicas, Vidro de relógio, Cuvetas, Sal de Mohr ( $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), Tio-cianato de Potássio (KSCN) a 0,5 M, Acido clorídrico (HCl) a 1,0 M, Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) a 0,1 M, Permanganato de Potássio ( $\text{KMnO}_4$ ) a 0,1 M, Acido Sulfúrico concentrado, Água Oxigenada, Farinha de milho.

### **Descontaminação de matérias**

Os materiais usados na análise, foram lavados

com água corrente e detergente, depois com solução de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) a 20% para a descontaminá-los, por um período de 24 horas, de seguida passados com água destilada e secas na mufla a  $105^\circ \text{C}$  por 1 hora de tempo.

### **Preparo da solução - padrão de ferro (100 ppm de Fe)**

Pesou-se 0,86 g de sal de Mohr, dissolvido em 50 mL de água destilada, sendo adicionado 5 mL de ácido sulfúrico e completado o volume com água destilada (IAL, 2008).

### **Preparo da solução de Tiocianato de Potássio a 0,1 M**

Pesou-se 4,85g de tiocianato de potássio e colocado em balão volumétrico de 100 ml. Completou-se o volume com água destilada.

### **Preparo da solução de ácido clorídrico a 1M**

Mediu-se 8,28 ml de ácido sulfúrico, transferiu-se para um balão de 100 ml e completou-se o volume com água destilada.

### **Preparo da solução de Permanganato de Potássio a 0,1 M**

Pesou-se 1,58g de permanganato de potássio e colocado em balão volumétrico de 100 ml e completou-se o volume com água destilada.

### **Determinação de teor de umidade das amostras**

Pegou-se nas amostras I e II de farinha de Minho de marca Top Score e Choice, tendo pesado os cadinhos vazios e depois pesou-se para I amostra 57g no

primeiro cadinho para o procedimento da digestão via seca e 57g no segundo cadinho para procedimento de extração por centrifuga e para segunda amostra 20g no terceiro cadinho para procedimento da digestão via seca e 20g no quarto cadinho para procedimento da extração por centrifuga e levados para a mufla a 105<sup>o</sup> C por um período de 4 horas, após secagem, foram esfriados no dessecador por 24 horas depois pesou-se as suas massas na Balança analítica e determinou-se o teor de umidade das amostras.

### **Preparo das amostras via digestão seca**

As amostras introduziram-se na mufla e calcinadas a temperatura de 550<sup>o</sup> C por um período de 4 horas e arrefecidos no dessecador por um período de 24 horas e no béqueres de 120 ml, adicionou-se 6 ml da solução de ácido clorídrico a 1 M e colocados no banho-maria por volta de 10 minutos, adicionou-se 1,0 ml do ácido sulfúrico concentrado e 2 ml de água destilada, misturou-se bem e aguardou-se por um período de 15 minutos, de seguida filtrou-se as misturas para os balões de 100 ml e completou-se o volume com água destilada até a marca.

<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>
0,5 ml	1 ml	1,5 ml	2 ml	2,5 ml	FTS	FC

Introduziu-se no primeiro balão 2 ml de ácido clorídrico, 3 gotas de permanganato de potássio, 1 ml de tiocianato de potássio e água destilada até a aferição que serviu de branco, em balão 2, 3, 4, 5, e 6 introduziu-se 0,5 – 1 – 1,5 – 2 e 2,5 ml da solução padrão de ferro previamente preparado e preencheu-se o volume dos balões volumétricos com água destilada até ao meio, tornando-se assim 0,5 mg/L – 1 mg/L – 1,5 mg/L – 2 mg/L

e 2,5 mg/L. O balão 7 continha a solução de amostra de farinha Top Score (FTS) e o balão 8 a solução de amostra de farinha Choice (FC), depois introduziu-se em todos balões volumétricos 2 ml do ácido clorídrico a 1 M, agitou-se e deixou-se em repouso, após os 10 minutos, introduziu-se em todos balões 10 gotas da solução de Permanganato de Potássio a 0,1 M, agitou-se e aguardou-se, após 10 minutos, introduziu-se em todos balões 1 ml de tiocianato de potássio a 0,5 M, agitou-se e aguardou-se por 15 minutos e perfeito o volume com água destilada.

### **Preparo das amostras por extração usando centrifuga**

Após a determinação da umidade, as amostras dos cadinhos com FTS e FC, introduziram-se em béqueres de 120 ml, adicionado 60 ml da solução de ácido clorídrico a 1 M para primeira amostra da FTS e 40 ml da mesma solução na segunda amostra de FC e submeteu-se ao banho-maria por volta de 15 minutos em temperatura de 50 +/- 5° C.

De seguida adicionou-se nos béqueres 2 ml do ácido sulfúrico concentrado e 2 ml de água destilada, misturou-se bem e aguardou-se, 20 minutos depois centrifugou-se a amostra a 4000 rpm por 15 minutos e 5000 rpm por mais de 5 minutos, depois decantou-se o sobrenadante para balões de 100 ml e completou-se o volume com água destilada.

1	2	3	4	5	6	7	8
0 ml	0,5 ml	1,0 ml	1,5 ml	2 ml	2,5 ml	FTS	FC

Introduziu-se no primeiro balão 2ml de ácido clorídrico, 3 gotas de permanganato de potássio, 1 ml de tiocianato de potássio e água destilada até a aferição que serviu de branco de seguida introduziu-se no balão

2, 3, 4, 5, e 6, 0,5 – 1 – 1,5 – 2 e 2,5 ml da solução padrão de ferro e preencheu-se o volume com água destilada, tornando-se assim 0,5 mg/L – 1 mg/L – 1,5 mg/L – 2 mg/L e 2,5 mg/L. O balão 7 continha a solução de amostra de farinha Top Score (FTS), e o balão 8 com solução de amostra de farinha Choice (FC). Introduziu-se em todos balões volumétricos 2 ml do ácido clorídrico a 1 M, agitou-se muito bem e deixou-se em repouso, após os 10 minutos, introduziu-se 10 gotas da solução de Permanganato de Potássio a 0,1 M, agitou-se e aguardou-se, após 10 minutos, introduziu-se 1 ml de tiocianato de potássio a 0,5 M, agitou-se e aguardou-se por 15 minutos e perfaz-se o volume com água destilada.

**Figura 5:** Solução padrão de Ferro preparada em balões volumétricos de 100 mL



**Fonte:** próprio autor

Após 15 minutos de repouso, as absorvâncias foram lidas no Espectrofotômetro em 510 nm (IAL, 2008).

## TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS

Segundo (SKOOG) o termo estatístico refere-se a estimativa de um parâmetro que é feita a partir de uma amostra de dados, em que a média da amostra

e o seu desvio padrão são exemplos de estatística que estimam os parâmetros média e desvio.

Foram testados a linearidade, o limite de detecção, o limite de quantificação, a exatidão, a precisão, o erro relativo, a precisão entre os dois procedimentos, e aplicado o Teste T de Student e ANOVA. No tratamento estatístico dos dados e construção da curva analítica foram utilizados softwares de uso comercial (Estatista 6.0 e EXCEL 2007).

**Tabela 1:** Resultados de tratamento de dados estatísticos

Amostragem	Teores em mg/L de ferro				S	Sr	CV	Σ	IC a 95%	hu(%)
	I	II	III							
FTS - C	0,072	0,072	0,073	0,072	0,00058	0,008	0,8	0,001434691871	0,073434691 a 0,070565308	13,7
FTS - E	0,832	0,832	0,833	0,832	0,00058	0,00069	0,069	0,001434691871	0,902565308 a 0,830565308	14,36
FC - C	0,075	0,075	0,075	0,075	0,0	0,0	0,0	0,0	0,075 A 0,075	10
FC - E	0,198	0,198	0,199	0,198	0,00058	0,0029	0,29	0,001434691871	0,199434691 A 0,196565308	10,5

**Fonte:** Autores, 2023

## APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O íon férrico,  $\text{Fe}^{3+}$ , forma complexos corados com o íon tiocianato,  $\text{SCN}^-$ , que absorvem fortemente a 510 nm, comprimento de onda ao qual nem o  $\text{Fe}^{3+}$  nem o  $\text{SCN}^-$  absorvem (IAL, 2008).

Nos gráficos 01 e 02 correspondem à relação entre os valores de absorbância (A) e os de concentração.

Com base na análise gráfica é possível verificar a linearidade da reação e calcular um fator de conversão de valores de absorbância em concentração.

E as soluções padrão utilizadas para a construção da curva padrão podem ser visualizadas na figura 6 e 7:

**Figura 6:** Soluções padrão utilizadas para a construção da curva padrão de ferro da I de farinha Top Score (digestão via seca e extração usando centrifuga)



**Fonte:** Autores, 2023

Os valores das absorvâncias obtidos por meio da leitura espectrofotométrica, são apresentados na tabela 2.

**Tabela 2:** valores de absorbância da curva padrão de Ferro para amostra I de farinha de Top Score (digestão via seca e extração usando centrifuga).

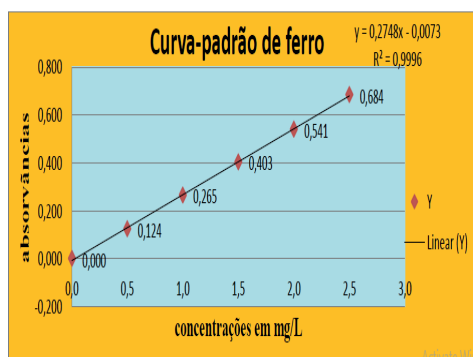
Concentrações em mg/L de Fe	Absorvâncias
0,0 (Branco)	0,000
0,5	0,124

1	0,265
1,5	0,403
2	0,541
2,5	0,684

**Fonte:** Autores, 2023

Com os resultados das absorvâncias das soluções padrão utilizando programa Excel, construiu-se a curva padrão com base na absorvância e na concentração de ferro, expressa em mg/L. A curva padrão, a equação da reta e  $r^2$  podem ser visualizadas na figura 3.

**Gráfico 1:** Curva de padrão de ferro (mg/L)



**Fonte:** Autores, 2023

O coeficiente de correlação foi  $R^2$  igual a 0,997 o seu valor está próximo de 1 o que sinaliza linearidade (SKOOG, 2006).



**Figura 7:** soluções padrões utilizadas para a construção da curva padrão de ferro da amostra II de farinha Choice (Digestão via seca e Extração usando centrífuga)



**Fonte:** Autores, 2023

Os valores das absorvências obtidos por meio da leitura espectrofotométrica, são apresentados na tabela 3.

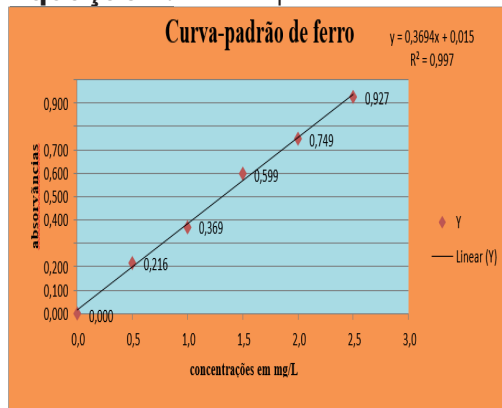
**Tabela 3:** valores de absorvência da curva padrão de Ferro para amostra II de farinha Choice (digestão via seca e extração usando centrífuga).

Concentrações em mg/L de Fe	Absorvências
0,0 (Branco	0,000
0,5	0,216
1	0,369
1,5	0,599
2	0,749
2,5	0,927

**Fonte:** Autores, 2023

Com os resultados das absorvências das soluções padrão utilizando programa Excel, construiu-se a curva padrão. A curva padrão, a equação da reta e  $R^2$  podem ser visualizadas na figura 5.

## Equação 2: Curva padrão de ferro (mg/L)



**Fonte:** Autores, 2023

De acordo com os gráficos acima representados nota-se que há uma linearidade dos valores, pois muitos pontos não estão fora da reta, demonstrando menor dispersão dos valores o que indica que as soluções padrões de ferro usados na análise foram preparados em condições favoráveis respeitando a Lei de Lambert-Beer e apresentando menor interferências.

Para os cálculos do teor de ferro em mg/L e em g/100g das amostras de farinha de milho analisadas, foi feita a partir das equações da reta obtidas pela curva padrão de ferro.

Para amostra de farinha da marca Top Score foi obtida a seguinte equação da reta da curva padrão de ferro:  $y = 0,274x - 0,007$  onde: Y – é a absorvância da amostra; X – é a concentração de ferro em mg/L; 0,274 e 0,007 – são coeficientes denominados por B – A<sub>1</sub>, e tendo como coeficiente de determinação igual  $R^2 = 0,999$  é o valor que indica a linearidade da variação das Absorvâncias dos padrões preparados e analisadas.

A segunda amostra farinha de milho da marca Choice apresentou a seguinte equação da reta da curva padrão de ferro:  $y = 0,369x + 0,015$  com o coeficiente de determinação igual a  $R^2 = 0,997$  que indica a linearidade

da variação das Absorvâncias dos padrões analisadas.

Com base nas equações da reta da amostra I farinha de milho da marca Top Score  $y = 0,274x - 0,007$  e da amostra II farinha de milho da marca Choice  $y = 0,369x + 0,015$  obtidas pela curva padrão de ferro, foi efetuados os cálculos e encontradas as quantidades de ferro mg/L em cada amostra dos dois procedimentos efetuados, como ilustra o quadro abaixo:

**Tabela 4:** Teor de ferro em mg/L das amostras de farinha de milho.

Amostras		mg/L de farinha
Farinha Top Score	Digestão via seca	0,29
	Extração com centrífuga	3,05
Farinha Choice	Digestão via seca	0,162
	Extração com centrífuga	0,496

**Fonte:** Autores, 2023

Após a obtenção do teor de ferro em miligramas por litros (mg/L) contidos em 57g da amostra I farinha Top Score e 20g da amostra II farinha Choice, os resultados foram convertidos primeiro em mg/100g de farinha e em g/100g para se determinar o teor de ferro contido em 100g das amostras analisadas, como mostra a tabela abaixo:

**Tabela 5:** Concentrações de ferro em amostras de farinha de milho.

Amostras		mg de ferro/100g	g de ferro/100g
Farinha Top Score	Digestão via seca	0,50	0,0005
	Extração com centrífuga	5,35	0,00535

<b>Farinha Choice</b>	Digestão via seca	0,81	0,00081
	Extração com centrífuga	2,48	0,00248

**Fonte:** Autores, 2023

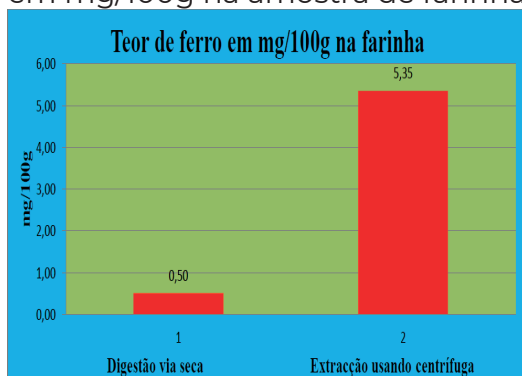
A análise dos dados referentes a concentração de ferro em amostras de farinha de milho mostrou que os valores variaram de 0,5 a 5,35 mg/100g ou de 0,0005 a 0,00535 g/100g de digestão via seca e extração usando centrífuga para amostra de farinha Top Score respectivamente, e para amostra de farinha Choice também notou-se uma variação de valores de 0,81 a 2,48 mg/100g ou 0,00081 a 0,00248 g/100g de digestão via seca e extração usando centrífuga respectivamente.

Para os dados obtidos por procedimento de extração usando centrífuga para a farinha Top Score mostra que está de acordo com a legislação específica para esse produto que estabelece que a concentração de ferro deve ser no mínimo 4,2 mg/100g. E para a mesma farinha Top Score preparada por procedimento de digestão via seca o resultado obtido está desacordo com a legislação vigente.

Também para a segunda amostra farinha Choice os resultados obtidos por dois procedimentos digestão via seca e extração usando centrífuga estavam em desacordo com a legislação vigente, mas mostrando mais proximidade do valor determinado pela legislação vigente o procedimento da extração usando centrífuga.

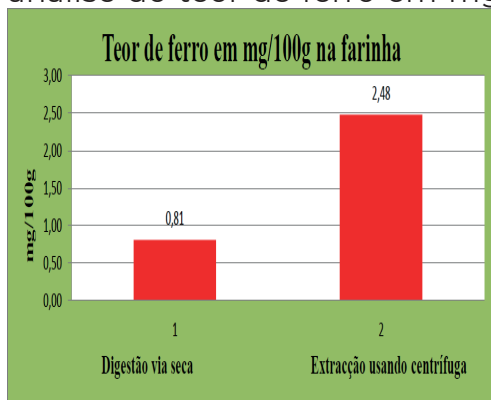
Os resultados obtidos na análise de ferro na segunda amostra de farinha Choice podem estar associados a adição insuficiente de ferro no processo de fortificação.

**Gráfico 3:** Comparação dos dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrífuga) através dos resultados obtidos na análise do teor de Ferro em mg/100g na amostra de farinha top score.



**Fonte:** Autores, 2023

**Gráfico 4:** Comparação dos dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrífuga) de acordo com os resultados obtidos na análise do teor de ferro em mg/100g na farinha Choice



**Fonte:** Autores, 2023

Para testar as hipóteses levantadas no presente trabalho de pesquisa foi aplicado o teste T (t- Student) para duas amostras que consistiu na determinação de proximidade do valor (P-valor) entre os dois procedimentos aplicados fixando-se primeiramente o nível de significância de 0,05 ou 5%.

As duas hipóteses levantadas no trabalho foram de forma positiva e negativa, aplica-se o teste T para permitir a determinação do valor absoluto do teste estatístico ou P-valor de modo que possa se aceitar ou rejeitar as hipóteses de acordo com as condições do p-valor. (SKOOG, 2006).

- Se o p-valor (valor absoluto) for menor que nível de significância (valor crítico) aplicado de 0,05 ou 5%, rejeita-se a hipótese nula ou negativa ( $H_0$ ) patente no presente trabalho e aceita-se a hipótese positiva. P-valor  $\leq$   $\alpha$ ;
- Se o P-valor (valor absoluto) for maior que o nível de significância (valor crítico) de 0,05 ou 5%, não rejeita-se a hipótese nula ou negativa ( $H_0$ ) patente no presente trabalho o que significa que não existem dados estatísticos significativos que possam rejeitar a hipótese nula, P-valor  $> \alpha$ .

E para a presente pesquisa foram levantadas as seguintes hipóteses:

- **Ha:** existe diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotômetro UV-Vis.
- **H0:** não existe diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotômetro UV-Vis.

Para o presente trabalho de pesquisa foram obtidos os seguintes resultados do teste T (t-Student) para as duas amostras tratadas em procedimentos diferentes (digestão via seca e extração usando centrífuga) estão apresentados na tabela abaixo.

**Tabela 6:** Apresentação dos resultados do teste t da amostra de farinha Top Score.

Teste t: duas amostras	Procedimentos	
	Digestão via seca	Extração/ Centrifuga
Média	0,072	0,832
Observações	3	3
P – valor	4,98837E-08 ou 0,00000005	
Absorvências	6	
Grau de liberdade (N-1)	4,303	

**Fonte:** Autores, 2023

**Tabela 7:** Apresentação dos resultados do teste t da amostra de farinha Choice.

Teste t: duas amostras	Procedimentos	
	Digestão via seca	Extracção/ centrífuga
Média	0,075	0,198
Observações	3	3
Absorvências	6	
P – valor	3,30747E-06 ou 0,0000033	
Grau de liberdade (N-1)	4,303	

**Fonte:** próprio autor

Como base nos resultados obtidos pelo teste T das duas amostras verifica-se que o p-valor 4,98837E-08 ou 0,00000005 obtido na primeira amostra farinha Top Score e o p-valor 3,30747E-06 ou 0,0000033 obtido na segunda amostra farinha Choice são inferiores ao valor de nível de significância 0,05 (5%) ou seja p-valor 4,98837E-08  $\leq$  0,05 e p-valor 3,30747E-06  $\leq$  0,05, contudo, rejeita-se a hipótese nula apresentada no presente trabalho de que não existe diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostras

(digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotómetro UV-Vis, e desta feita aceita-se a hipótese positiva ou afirmativa de que existe diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrífuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotômetro UV-Vis.

## CONCLUSÕES

Concluídas as análises laboratoriais de determinação de ferro em farinha de milho a fim de comparar os procedimentos de preparo de amostras (digestão via seca e extração usando centrífuga) e aplicar teste estatístico para testar as hipóteses levantadas na presente pesquisa, chega-se as seguintes conclusões:

- O procedimento da digestão via seca na determinação de ferro na amostra de farinha de milho da marca Top Score pelos resultados obtidos neste trabalho apresenta um teor de ferro igual a  $0,29 \text{ mg/L} - 0,50 \text{ mg/100g} - 0,0005 \text{ g/100g}$ .
- O procedimento da extração usando centrífuga na determinação de ferro na amostra de farinha de milho de marca Top Score pelos resultados obtidos neste trabalho apresenta um teor de ferro igual a  $3,05 \text{ mg/L} - 5,35 \text{ mg/100g} - 0,00535 \text{ g/100g}$ .
- O procedimento da digestão via seca na determinação de ferro na amostra de farinha de milho da marca Choice pelos resultados obtidos neste trabalho apresenta um teor de ferro igual a  $0,162 \text{ mg/L} - 0,81 \text{ mg/100g} - 0,00081 \text{ g/100g}$ .
- O procedimento de extração usando centrífuga na determinação de ferro na amostra de farinha de milho da marca Choice pelos resultados obtidos neste trabalho apresenta um teor de ferro igual a  $0,496 \text{ mg/L} - 2,48 \text{ mg/100g} - 0,00248$



g/100g.

- Os resultados obtidos pelo procedimento de digestão via seca e extração usando centrifuga na determinação de teor de ferro na farinha de milho permitem aceitar a primeira hipótese, ou seja, a hipótese afirmativa de que existe diferença significativa entre os dois procedimentos de preparo de amostra (digestão via seca e extração usando centrifuga) na determinação de ferro na amostra de farinha de milho por espectrofotometria UV-Vis.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, Frank Pereira De. Determinação de constituintes inorgânicos em tabacos por espectrometria de absorção atômica com chama e com forno tubular na chama e aerossol térmico. Belo Horizonte, 2008.
- ARÃO, José. Texto de apoio Química Inorgânica II. Beira. Universidade Pedagógica –Delegação da Beira, 2007
- ATKINS P. W., Físico-química Rio de Janeiro: 6ª Edição, LTC- Livros Técnicos e Científicos Editora S.A, 1997.
- CECCHI, H. M. Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos. 2 ed. São Paulo. UNICAMP, 2003.
- CUNHA, Ricardo Bastos. Química analítica Quantitativa. CopyMarket.com, 2001
- E. Giesbrecht et alii., PEQ, “Experiências em Química - Técnicas e Conceitos Básicos”. Ed. Moderna e EDUSP, 1979.
- FERRARINI, Suzana Frighetto. Desenvolvimento de metodologias alternativas para a determinação de elementos em nível de traços em amostras de carvão pela técnica de ICP-OES. Porto Alegre, 2007.
- FERRARINI, Hair. Determinação de teores nutricionais do milho por espectroscopia no infravermelho e calibração multivariada. Curitiba, 2004.
- F. J. Krug; “Workshop sobre preparo de amostras”, 3., São Carlos, 2000. 149p
- FISBERG, M.; BRAGA, J. N. N.; MARTINS, F. O. Funções plenamente reconhecidas de nutrientes ferro. Força

Tarefa Alimentos Fortificados e Suplementos, Comitê de Nutrição, ILSI Brasil, Dezembro 2008.

GIL, A. C. Métodos e técnicas de pesquisa social. 6. Ed. São Paulo: Atlas, 2008.

HARRIS, D. C. Análise química quantitativa. Editora LTC. 5a Edição, 2001, 862p.

HUANG, J.; BRENNAN, D.; SATTler, L.; ALDERMAN, J.; LANE, B.; O'MATHUNA, C.; A comparison of calibration methods based on calibration data size and Robustness, *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems* 62, 25- 35, 2002.

<http://tudoela.com/farinha-de-milho/> - acessado aos 10 de Janeiro de 2018

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físicos e químicos para análises de alimento. 4ª Ed, São Paulo, p. 359 – 361, 2008.

KRUG, F. J. Métodos de Decomposição de Amostras; In: Workshop Sobre preparo de Amostras: VI. 2006. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria. RS

KRUG, F. J. Métodos de preparo de amostras fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar. Piracicaba: F. J. Krug, 2008. p. 340 - 343.

MARTINS, F.G. Estudo espectrofotométrico de oxidação do sistema ferro (II)/tiocianato e seu aproveitamento analítico. Dissertação de mestrado. Faculdade de filosofia, ciências e letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2002, 108f.

MIRALBÉS C., Quality control in the milling industry using near infrared transmittance spectroscopy, *Food Chemistry*, 88, 621-628, 2004.

MENDHAM, J.; DENNEY, R. C.; BARNES, J. D.; THOMAS, M. Vogel, Análise química quantitativa. 6ª edição. LTC, Rio de Janeiro, 2002, 462p.

MCCAIG, T. N., Extending the use of visible/near-infrared reflectance spectrophotometers to measure colour of food and agricultural products, *Food Research International*, 35, 731-736, 2002.

PERONICO, Vanessa Cruz Dias. Desenvolvimento de procedimentos para o preparo de amostra na determinação de macro - e micronutrientes em plantas oleaginosas por espectrometria de absorção atômica. Dourados, 2014.

PLANTIER, Stéphanie Bragatto. Avaliação do teor de ferro em farinhas enriquecidas. Fundação Educacional do Município de Assis FEMA -- Assis, 2010. P. 43

RAINER, C. D.; KALETUNÇ, G., Fourier transform infrared microspectroscopic study of the chemical microstructure of corn and oat flourbased extrudates, Carbohydrate Polymers, 52, 53-65, 2003.

R.R. da Silva, N. Bocchi & R.C. Rocha Filho, Introdução à Química Experimental”, McGraw Hill, 1990.

ROCHA, F. R. P.; TEIXEIRA, L. S. G. Estratégias para aumento de sensibilidade em espectrofotometria UV-VIS. Química Nova, v. 27, n. 5, p. 807-812, 2004.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R., Fundamentos de Química Analítica, 8a ed., São Paulo: Thomson Learning, 2006.



## Capítulo III

# Avaliação da eficiência da técnica de espectrofotometria UV-Vis para determinação do teor de ferro em fórmulas infantis (Cerelac)

Isaura Ant3nio Armando

Carlos J. D. Alface

### Introdução

O leite materno é o alimento com o qual os bebês têm o primeiro contato, e é considerado um alimento completo por conter todos os nutrientes necessários para o desenvolvimento, sendo recomendado o seu uso exclusivo, até o sexto mês de vida (World Health Organization, 2002).

No entanto, por diferentes razões, como a impossibilidade de amamentação, dietas especiais são necessárias para substituir ou complementar o leite materno. Nestes casos, fórmulas industrializadas precisam ser introduzidas à dieta dos bebês. Estes alimentos complementares preparados comercialmente, contêm quantidades de nutrientes (minerais e vitaminas) para satisfazer os requisitos dos lactentes (até 1 ano de idade) e crianças da primeira infância (entre 1 a 3 anos de idade) (ZAND, et al., 2011).

Muitas indústrias produtoras de fórmulas infantis adicionam minerais e vitaminas nestes produtos em níveis de concentrações maiores do que presentes no leite humano para compensar a sua biodisponibilidade, o que de certa forma preocupa a confiabilidade dos valores de nutrientes declarados nos rótulos destes alimentos (KAZI, et al., 2009).

Desta forma, minerais são substâncias inorgânicas essenciais e tem importantes funções bioquímicas

no organismo humano. Por exemplo, o Ferro (Fe) no organismo esta envolvido no metabolismo energético, transporte de oxigênio e é um componente essencial hundredsofenzymes (OZBEK, AKMAN, 2012). E mais, a deficiência ou a ingestão excessiva destes minerais pode ser considerada tóxica (SARACOGLU et al., 2007; PANDELOVA et al., 2012).

Portanto, do ponto de vista nutricional, é de extrema importância a determinação de Fe em fórmulas infantis para garantir o desenvolvimento normal dos lactentes. Para tanto, é necessário dispor de métodos analíticos rápidos e confiáveis, que possam ser aplicados nas análises de rotina para a sua determinação.

No entanto, a determinação instrumental de traços de metais em amostras biológicas ou de alimentos, requer algum tipo de pré-tratamento ou solubilização total da amostra para a maior parte das técnicas empregadas.

A escolha da técnica para determinação elementar depende de vários fatores a considerar, relacionados tanto com a natureza da amostra, sensibilidade bem como a disponibilidade da técnica, pois, alguns elementos de interesse nessas matrizes, encontram-se próximas do limite de detecção. Portanto, os cuidados na preparação da amostra e a instrumentação analítica disponível tornam-se condição essencial para obtenção de resultados confiáveis.

## **Metodologias de pesquisa**

Para materialização da presente pesquisa aplicou-se os seguintes procedimentos metodológicos:

### **Pesquisa Bibliográfica**

Com este método, foi realizada uma revisão exaustiva de artigos, livros, monografias e outros tipos de materiais em meio físico, eletrônico que pudesse

fornecer informações relevantes relacionadas com as técnicas de determinação de metais, em particular o Fe, e o princípio de funcionamento do espectrofotômetro UV-Vis.

## **Método experimental**

Este método permitiu a análise laboratorial das amostras de formulações infantis (cerelac) através de uma parceria entre a Universidade Pedagógica de Manica e a Universidade Pedagógica Delegação da Beira. Todas as análises foram realizadas utilizando um espectrofotômetro UV-vis mini - 1240 da marca Shimadzu disponível no laboratório de Química da UP - Beira).

## **Método estatístico**

O método estatístico foi utilizado neste trabalho para testar as hipóteses levantadas e fazer a comparação entre a concentração de Fe obtida após da realização das análises, com as concentrações descritas nos rótulos das amostras. Desta forma foi utilizado o test\_t student a 95% de confiança para realização da comparação.

## **Métodos de preparo de amostras para determinação elementar**

O preparo de amostra geralmente é uma análise química para converter analitos em formas mais apropriadas detectáveis, para separar a partir da matriz da amostra ou concentrar espécies para análise (ROCHA, et al 2013). Na literatura, existe diversos tipos de procedimentos para o tratamento de amostras para determinação de metais em fórmulas infantis dentre elas: suspensão, extração assistida por ultrassom, centrifugação, análise direta de sólidos e decomposição por via seca e úmida, este último foi utilizado no presente trabalho para o preparo de amostras.

Portanto, a escolha de procedimentos de preparo de amostra depende de vários fatores como a técnica analítica a ser empregada, natureza da amostra, exatidão e precisão requerida, viabilidade do equipamento e tempo (SKOOG, 2008).

Contudo, neste trabalho, foi utilizado o método de gravimetria que consistiu na pesagem, determinação do teor de umidade e decomposição via seca (calcinação) da amostra, e posteriormente foi utilizado o método de espectroscopia – tiocianato para o preparo de amostras.

### **Decomposição por via seca ou calcinação**

É a técnica mais simples de decomposição de amostras orgânicas utilizando oxigênio atmosférico para queima da matriz, sendo que o resíduo obtido na forma de cinza é solúvel em ácidos diluídos (SISTI, 2001).

A técnica é utilizada antes da dissolução ácida de matrizes com altas percentagens de material orgânico para determinação de baixas concentrações de metais, pois permite a utilização de grandes quantidades de amostra. Apesar da simplicidade da técnica deve-se avaliar e otimizar os parâmetros operacionais e analíticos para obtenção dos resultados satisfatórios.

A temperatura e o tempo de combustão devem ser ajustados de acordo com amostra e o elemento a ser analisado. Na faixa entre 450 e 550 °C, o risco de perdas por volatilização para alguns elementos é menor (SISTI, 2001).

Portanto, neste trabalho, foram realizados experimentos com aplicação de queima parcial da matriz utilizando mufla com forno de micro-ondas.

Este sistema permite programar gradientes de temperaturas compreendidos entre a temperatura ambiente e 1200 °C, evitando-se aquecimento muito rápido e perdas de projeção da amostra. O controle de even-



tuais perdas ou contaminações dos elementos pode ser realizado através de brancos analíticos simulados com quantidades conhecidas de soluções padrão dos elementos de interesse (SISTI, 2001).

## **Gravimetria**

Os métodos gravimétricos de análise baseiam-se em medidas de massa feitas com uma balança analítica, um instrumento que fornece dados altamente exatos e precisos. (SKOOG, 2006).

## **Pesagem**

Para SKOOG (2006) este processo consistiu na dosagem do material sólido através de uma balança analítica de precisão de +/- 0,1 mg e as massas foram registadas para posterior procedimentos.

## **Determinação do teor de umidade**

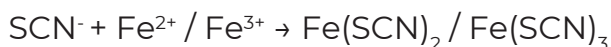
A determinação da matéria seca é o ponto de partida da análise de alimentos. É de grande importância, uma vez que a preservação do alimento pode depender do teor de umidade presente no material e, além disso quando se compara o valor nutricional de dois ou mais alimentos temos que levar em consideração os respectivos teores de matérias secas que são aproveitadas pelo organismo animal com fins nutricionais (RODRIGUES,2010)

## **Padrão stock para determinação do Ferro pelo método espectroscópico**

Os sais de  $Fe^{2+}$  podem ser transformados facilmente em sais de  $Fe^{3+}$  pela ação dos oxidantes diferentes, nomeadamente ácido nítrico, permanganato de potássio, Cloro. De uma maneira geral, são menos estáveis do que os de  $Fe^{3+}$ . (ARÃO, 2007).

Nos processos de determinação de Fe (II), é utilizado geralmente o sulfato ferroso amoniacal ou sal de Mohr,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , uma vez que este sal apresenta maior resistência à oxidação. O sistema ferro/tiocianato, em meio ácido, permite a exploração espectrofotométrica para a determinação de Fe (II), por esta razão é propício o uso do ião tiocianato como complexante (MARTINS, 2002).

Para diferenciar os sais de  $\text{Fe}^{2+}$  dos de  $\text{Fe}^{3+}$ , usa-se o método de rodonato de potássio (KSCN) sobre os sais de ferro. Visto que a solução de rodonato contém os iões incolores ( $\text{SCN}^-$ ) que se combinam com os iões de ferro II e III. Quando os iões ( $\text{SCN}^-$ ) se combinam com os iões  $\text{Fe}^{3+}$ , forma o rodonato de  $\text{Fe}^{3+}$ , de cor vermelha de sangue. ARÃO (2007)



## PARTE EXPERIMENTAL

A parte experimental desta pesquisa, consistiu em análises laboratoriais de amostras de cerelac da mesma marca adquiridos comercialmente no Supermercado Mutarara na Cidade da Beira. As amostras analisadas foram de sabores A-Regular, B-Banana, C-Mel, sendo que A e B recomendadas desde os 6 meses e amostra C a partir dos 7 meses de idade, como mostra a figura abaixo.

**Figura4:** Amostras de Cerelac



**Fonte:** Autores, 2023

Após aquisição das amostras foram conservadas e tratadas em condições adequadas até ao laboratório de Química da UP-Beira.

## **Equipamentos, materiais e reagentes**

**Equipamentos:** Espectrofotômetro de UV-Vis modelo mini 1240 da Shimadzu; Mufla modelo; e, Estufa.

**Materiais:** Pipeta de Pasteur; Cubetas; Suporte universal; Pinça; Vidro de relógios; Balanças analíticas 0,1mg; Pipeta volumétrica; Béqueres; Pipeta graduada de 5 ml e de 10 ml; Balões volumétricos 1000 ml; Provetas; Balões volumétricos de 100 ml; Papéis de filtro; Vareta de vidro; Esguicho; Dessecador; Cadinhos.

**Reagentes:** Água destilada; Ácido clorídrico (HCl) a 1M; Água da torneira; ácido sulfúrico concentrado ( $H_2SO_4$ ); Sal de Mohr ( $NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ; Tiocionato de potássio (KSCN); Ácido nítrico ( $HNO_3$ ), a 20%; Permanganato de potássio ( $KMnO_4$ ) a 0,1M.

## **Lavagem do material**

Toda a vidraria utilizada no experimento foi lavada com água da torneira e detergente, e foi submersa em  $HNO_3$  20% (v/v) por um período de 24h. Após este período, foi retirada do ácido, lavada com água destilada e colocada a secar na estufa antes da sua utilização.

## **Procedimento para a determinação de teor de umidade**

Foram pesados três (3) cadinhos vazios na balança analítica e anotou-se as suas massas. Para o cadinho A foi pesada 65,3 g B 65,6 g e C 65,7 g de cerelac na balança analítica, após a pesagem, introduziu-se os cadinhos contendo amostras na estufa a  $105^\circ C$  por 6 horas.

De seguida, foram retirados os cadinhos da estufa

para esfriar e guardadas no dessecador por um período de 6 horas para minimizar a absorção da umidade. Após isso, foram pesadas novamente as amostras, e os valores anotados e determinado o teor de umidade

Para a determinação de teor de umidade das amostras de cerelac analisadas no laboratório foi utilizada a seguinte fórmula:

$$\frac{\text{Th} (\%) = \frac{m(\text{inicial}) - \text{massa}(\text{final})}{\text{massa}(\text{inicia})} \times 100}{m(\text{inicial}) - \text{massa}(\text{final})} \times 100$$

Onde: **Th** = teor de umidade; **m<sub>i</sub>** = massa inicial e **m<sub>f</sub>** = massa final.

**Tabela 1:** Umidade (%) para amostras de fórmulas infantis

Amostras	mi (g)	mf (g)	% H <sub>2</sub> O
A	65,3	64,5	1,22
B	65,6	64,4	1,82
C	65,7	64,2	2,28

**Fonte:** Autores, 2023

### **Preparo da amostra usando a digestão seca e leitura espectrofotométrica**

Foram calcinadas as amostras na mufla a temperatura de 500 °C por um período de 4 horas de tempo e resfriados no disseador por 4 horas.

As amostras A, B e C foram levadas para três (3) béqueres de 80 ml, adicionou-se 5 ml da solução de ácido clorídrico a 1 M e colocadas em banho-maria por 15 minutos, adicionou-se 1,0 ml do ácido sulfúrico concentrado e 2 ml de água destilada em cada béquer contendo amostas. A solução foi agitada, e esperou-se por 15 minutos; De seguida, a solução foi filtrada para o balão de 100 ml e completado o volume com água destilada. As amostras foram preparadas em triplicata assim como as leituras utilizando comprimento de onda de 510 nm.

### **Preparo da solução de Tiocianato de Potássio a 0,1 M**

Colocou-se num balão volumétrico de 100 ml a solução preparada num béquer com massa de 4,85g de tiocianato de potássio pesado e completou-se o volume com água destilada.

### **Preparo da solução de ácido clorídrico a 1 M**

Pipetou-se 8,28 mL de ácido sulfúrico, transferiu-se para um balão de 100 mL e completou-se o volume com água destilada.

### **Preparo da solução de Permanganato de Potássio a 0,1 M**

Colocou-se num balão volumétrico de 100 mL a solução preparada num béquer com massa de 1,58g de permanganato de potássio pesado e completou-se o volume com água destilada.

### **Preparo da solução padrão de Fe com o método espectroscopia - tiocianato**

Tendo em conta que o Fe não absorve na região do visível, foi necessário transformar em complexo a partir da reação do Fe (III) com ião tiocianato.

Os complexos são formados por um ião metálico e circundado por vários iões de carga contrária ou moléculas neutras conhecidas como ligantes, e para fins laboratoriais, a única fonte de Fe é o sal de Mohr  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , pois, apresenta maior resistência a oxidação.

O estado de oxidação (3+) é a forma mais estável do Fe. Assim, foi adicionado o tiocianato de potássio para complexar o  $\text{Fe}^{3+}$  tomando a coloração avermelhada, enquanto a oxidação do  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$  deveu-se a adição de agentes oxidantes fortes como permanganato

de potássio, e para evitar a hidrólise do Fe foi utilizado ácido forte. (IAL, 2008)

Cálculos usados para se saber o quanto do sal deveria ser pesado para preparar uma solução de Fe a  $100 \text{ mg L}^{-1}$

$$1\text{g} \text{ ----- } 1000\text{mg} \quad 482\text{g}_{\text{sal}} \text{ ----- } 56\text{g}_{\text{Fe}}$$

$$X \text{ ----- } 100\text{mg} \quad X \text{ ----- } 0,1\text{g}_{\text{Fe}}$$

$$X = 0,1\text{g}_{\text{Fe}} \quad X = 0,86\text{g}_{\text{sal}}$$

- Pesou-se 0,86 g do sal de Mohr, introduzido no béquer de 80 ml adicionou-se 50 ml de água destilada e 20 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado para à sua dissolução total;

A solução foi transferida para um balão volumétrico de 100 ml e completado o volume com água destilada.

**Figura 5:** Solução padrão de ferro



**Fonte:** Autores, 2023

Após o tratamento descrito acima foram feitas leituras das absorvâncias dos padrões das amostras em triplicata zerando o branco a 510nm

## **APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

### **Construção de curva de calibração**

Com as absorvâncias obtidas a 500 manômetros das leituras espectrofotométrica, foram determinadas

as médias das respectivas absorvâncias apresentadas na tabela abaixo que permitiram a construção da curva de calibração.

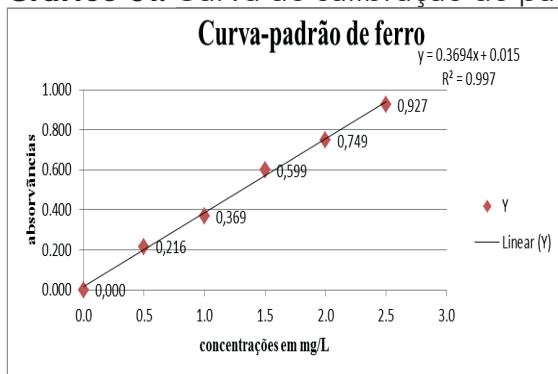
**Tabela 2:** Concentração do padrão de ferro e suas absorvâncias

N <sup>os</sup> dos balões	Concentrações em mg/L de Fe	Medias das Absorv
1	0,0 (Branco)	0,000
2	0,5	0,216
3	1	0,369
4	1,5	0,599
5	2	0,749
6	2,5	0,927

**Fonte:** Autora, 2023

Com os dados obtidos na tabela 02, foi construída na página do Microsoft Excel a curva de calibração abaixo que relaciona a concentração do padrão do ferro (mg/L) preparado com absorvância.

**Gráfico 01:** Curva de calibração do padrão de ferro



**Fonte:** Autores, 2023

De acordo com o gráfico acima, nota-se que há uma linearidade dos valores, pois, muitos pontos não

estão fora da reta, demonstrando menor dispersão dos valores o que indica que as soluções padrões de ferro usados na análise foram preparados em condições favoráveis respeitando a Lei de Lambert-Beer e apresentando menor interferência.

O coeficiente de correlação  $R^2$  igual a 0,997 e o seu valor está próximo de 1 o que sinaliza linearidade e isto indica que a metodologia é válida para análise do trabalho. (SKOOG, 2006)

Com a curva obteve-se a seguinte equação da reta:  $y = 0,3694x - 0,017$ , onde: Y – é a absorbância da amostra; X – é a concentração de ferro em mg/L.

### **Quantificação de Fe em amostras de fórmulas infantis (cerelac)**

Para a quantificação das amostras foi utilizada a curva de calibração, e os resultados das concentrações de Fe obtidos em fórmulas infantis (Cerelac) utilizando espectrofotómetro UV-Vis, foram comparadas com os descritos nos rótulos usando test-student a 95% de confiança, e os resultados das análises estão mostrados na tabela 3.

**Tabela 3:** Comparação entre a concentração obtida por espectrometria de UV-Vis e o conteúdo mineral de ferro disponível no rótulo das fórmulas infantis.

<b>Concentração(mg/100g)</b>		
<b>Amostras</b>	<b>RAL</b>	<b>Fe</b>
<b>A</b>	RAL	0,020
	Rótulo	11,0
<b>B</b>	RAL	0,021
	Rótulo	11,0
<b>C</b>	RAL	0,029
	Rótulo	11,0

**Fonte:** Autora, 2023



Sendo que RAL: é Resultado da Análise Laboratorial.

De acordo com a tabela acima, nota-se que as concentrações de Ferro obtidas a partir das análises laboratoriais estão abaixo do que está no rótulo da embalagem tendo variado de 0,020 a 0,029mg/100g.

Os valores baixos de Fe encontrados nas análises podem indicar adição insuficiente de ferro no processo de fortificação do cerelac. A ocorrência de erro em alguma etapa do procedimento experimental também pode ser uma hipótese que deve ser considerada, uma vez que antes da medida espectrofotométrica, ocorrem várias etapas. Desde a compra, conservação preparo da amostra, extração da amostra até a obtenção das cinzas e posterior isolamento do ferro na forma desejada para a medida. Por outro lado, o procedimento de preparo da amostra digestão via seca pode não ser a mais adequada para extração do ferro.

Diversas metodologias de análise têm sido empregues para a determinação de ferro nas mais diversas matrizes, sendo a espectrofotometria na região do visível, a técnica mais simples, rápida e econômica para determinação de ferro numa ampla gama de amostras. Entretanto, no que se refere à análise de ferro em farináceos, o tempo dispensado ao preparo da amostra para a análise torna o sistema pouco atraente. (PLANTIER, 2010 apud DUTRA et al., 2008)

Não foi encontrada nenhuma legislação específica que regulamenta o nível mínimo e máximo de concentração em fórmulas infantis (cerelac) em Moçambique. Neste sentido, foi utilizada uma legislação Brasileira (ANVISA, 2011) que estabelece o nível mínimo e máximo de minerais em função do seu valor energético, isto é, em cada 100 Kcal, o teor de Fe deve variar entre (0,45 – 1,3 mg).

No entanto, a baixa concentração de Fe nesses tipos de amostras e tendo em conta que estas são

consideradas como sendo as únicas fontes para substituição parcial ou total do leite materno, pode causar anemia ferropriva que é mais comum na primeira infância devido a carência deste elemento.

Como as hipóteses foram levantadas de forma positiva e negativa o teste T permitiu determinar o P-valor de modo que possa se aceitar ou rejeitar as hipóteses com as seguintes condições:

Se o P-valor for menor que o nível de significância aplicado de 0,05%, rejeita-se a hipótese negativa/nula e aceita-se a hipótese positiva/afirmativa.

Se o P-valor for maior que o nível de significância de 0,05%, não se rejeita a hipótese negativa/nula o que significa que não existem dados estatísticos significativas (suficientes) que possam rejeitar a hipótese negativa/nula. (SKOOG, 2006)

Para o presente trabalho de pesquisa foram levantadas as seguintes hipóteses:

$H_1$  = A técnica de espectrometria UV-Vis pode ser eficiente para determinação de

Ferro em fórmulas infantis (cerelac);

$H_0$  = A técnica de espectrometria UV-Vis pode não ser eficiente para determinação

de Ferro em fórmulas infantis (cerelac).

Tabela 4: Teste-T

Teste – T	Média das Amostras		
	A	B	C
Médias	0,066	0.066	0.083
Observações	3		
P-valor	3,30747E-06		
Grau de liberdade (N-1)	4.303		

**Fonte:** Autora, 2023

De acordo com os resultados do teste t da amostra nota-se que o valor do P-valor: 3,30747.10<sup>6</sup> é menor que o valor de nível de significância de 0,05%

( $3,30747 \cdot 10^6 < 0,05$ ). Contudo, rejeita-se a hipótese negativa/nula de que a técnica espectrométrica de UV-Vis pode não ser eficiente para determinação de Ferro em fórmulas infantis (cerelac). Aceitando assim a hipótese positiva/afirmativa de que a técnica espectrométrica de UV-Vis pode ser eficiente para determinação de Ferro em fórmulas infantis (cerelac).

## CONCLUSÃO

Após a realização do trabalho experimental, que teve como principal objectivo avaliar a eficiência da técnica de espectrofotometria UV-Vis para determinação do Fe em fórmulas infantis, foi possível chegar as seguintes conclusões e responder à pergunta que culminou com a realização desta pesquisa:

- A técnica de espectrofotometria de UV-Vis pode ser empregada para determinação de Fe em fórmulas infantis. No entanto, pode ser necessário escolher o melhor procedimento de preparo de amostra;
- As amostras apresentaram menor valor de Concentração de Fe comparativamente as descritas nos seus rótulos;
- Comparativamente a legislação utilizada neste estudo, todas as amostras apresentaram valores de Concentração de Fe menor do que o estabelecido pela ANVISA (0,45 – 1,3 mg/100 Kcal).

## REFERÊNCIAS

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução da Diretoria Colegiada – RDC nº 43, de 19 de setembro de 2011. Regulamento técnico sobre para fórmulas infantis para lactentes. Disponível em: <<http://www.saude.rj.gov.br/comum/code/MostrarArquivo.php?C=M-Tk4MQ%2C%2C>. Acesso em: 21 Dez. 2017.

ANDRADE, J. F. et al. Spectrophotometric study of iron oxidation in the iron(II)/thiocyanate/acetone system and some analytical applications. *Eclética Química*, 2005.

ARÃO, José. Texto de apoio Química Inorgânica II. Beira. Universidade Pedagógica – Delegação da Beira, 2007

BASILE, S. O. Medicamentos e suas interações. São Paul: Atheneu, 1994

CARVALHO, P. D., & Pinhão, C. Tratamento dietético da desnutrição primária grave em populações de países menos favorecidos socio-economicamente. PORTO: FCNAUP, 2010.

CUNHA, Ricardo Bastos. Química analítica Quantitativa. CopyMarket.com, 2001

CHIMOIO, H. S. E. Determinação do alimento rico em ferro entre a mandioqueira, beterraba e cacana para suplementar a sua dieta no organismo humano. Monografia apresentada na Universidade pedagógica – delegação da Beira, 2014

GANI, A. Novas estratégias e tendências de marketing de substitutos do leite materno na África lusófona xi enam. IBFAN África: Oficial de Programas-Lusófonos, 2010.

GIL, A. C. Métodos e técnicas de pesquisa social.6. ed. São Paulo: Atlas, 2008.

IKEM, A. et al. Levels of 26 elements in infant formula from USA, UK, and Nigeria by microwave digestion and ICP-OES. Food Chemistry, v. 77, p. 439–447, 2002.

LEE JR. Microcitose e as anemias associadas com síntese prejudicada da hemoglobina. In LEE GR et al. Wintrobe-Hematologia Clínica. São Paulo; Mir; 1998 a. P.884-919.

MEDEIROS, M. d. Ferro. Química Nova na Escola, v. Brasil: Porto editora, 2010.

MERIAN, E. M. Metals and their compounds in the environmental. New York: VCH, 2005

MIR-MARQUÉS, A. et al. Mineral profile of Spanish commercial baby food. Food Chemistry, v. 172, p. 238–244, 2015.

MUNGOFA, A. F. Estudo comparativo do teor de ferro em Abelmoschus esculentus (quiabo) produzido no posto administrativo de Tica e Vila do Búzi. Monografia apresentada na Universidade Pedagógica –Delegação da Beira, 2017.

Norma Brasileira de Comercialização de Alimentos para Latentes e Crianças da Primeira Infância (NBCAL), 2002. Promoção comercial dos produtos abrangidos

pela NBCAL. Disponível em: <[http://www.anvisa.gov.br/propaganda/cartilha\\_nbcalf.pdf](http://www.anvisa.gov.br/propaganda/cartilha_nbcalf.pdf). Acesso em: 13 Dez. 2017

OZBEK, N., AKMAN, S. A slurry sampling method for the determination of iron and zinc in baby food by flame atomic absorption spectrometry. *Food Additives and Contaminants*, v. 29, p. 208–216, 2012.

PANDELOVA, M. et al. Ca, Cd, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Se, and Zn contents in baby foods from the EU market: Comparison of assessed infant intakes with the present safety limits for minerals and trace elements. *Journal of Food*, v. 27, p. 120–127, 2012.

PANDELOVA, M. et al. Ca, Cd, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Se, and Zn contents in baby foods from the EU market: Comparison of assessed infant intakes with the present safety limits for minerals and trace elements. *Journal of Food*, v. 27, p. 120–127, 2012.

PLANTIER, S. B. Avaliação do teor de ferro em farinhas enriquecidas. Brasil: Assis, 2010.

SARACOGLU, S. et al. Determination of trace element contents of baby foods from Turkey. *Food Chemistry*, v. 105, p. 280–285, 2007.

SKOOG, D.A. et al. Fundamentos de Química Analítica, 8ª ed., Cengage Learning: São Paulo, 2008.

SPP, C. D. Alimentação e nutrição do lactente. In C. d. SPP, Vol. 43, 2002.

WHO - Geneva, World Health Organization. The de Recommendations on wheat and maize flour fortification. Disponível em: <[http://www.who.int/nutrition/publications/micronutrients/wheat\\_maize\\_fort.pdf](http://www.who.int/nutrition/publications/micronutrients/wheat_maize_fort.pdf)>, Acessado em 20 de Dezembro de 2017.

World Health Organization (WHO). The optimal duration of exclusive breastfeeding - A systematic review, Geneva, 2002. Disponível em: <[http://www.who.int/nutrition/publications/optimal\\_duration\\_of\\_exc\\_bfeeding\\_review\\_eng.pdf](http://www.who.int/nutrition/publications/optimal_duration_of_exc_bfeeding_review_eng.pdf). Acesso em: 15 Dezembro de 2017.

ZANCUL, M. d. (2004). Fortificação de alimentos com ferro e vitamina A. São Paulo: Medicina, Ribeirão Preto, v.37, jan.-jun., p. 45-50, 2004.

ZAND, N. et al. Essential and trace elements content of commercial infant foods in the UK. *Food Chemistry*, v. 128, p. 123–128, 2011.

SISTI, C. Aplicação de diferentes metodologias na

Carlos José Domingos Alface & Jaime Ernesto Naene (Org.)

preparação de matrizes orgânicas para determinação voltamétrica de elementos traços. Dissertação apresentada no Instituto de pesquisas energéticas e nucleares para obtenção do título de mestre, São Paulo, 2001.

## Capítulo IV

### **Avaliação do teor de corante tartrazina em amostras de sumo artificial em pó usando espectrofotometria UV-Vis**

Francisco J. Meque  
António I. C. Suluda  
Carlos J. D. Alface

#### **Introdução**

Culturalmente, o homem sempre usou condimentos para colorir alimentos, os tornando mais chamativos e saborosos porém a indústria alimentícia, vem substituir os corantes naturais por corantes artificiais para conferir, intensificar ou restaurar a cor do alimento, enquadrando-se na categoria de aditivos alimentares, como os conservantes, estabilizantes, acidulantes, entre outros, pós melhoram aparência, aroma, sabor, cor, textura, valor nutritivo e conservação dos alimentos (SCHUMAN e GONÇALVES, 2008).

O consumo e comercialização de sumos em pó contendo corante tartrazina tem vindo aumentando em detrimento de sumos naturais, devido o seu baixo custo e dada a toxicologia da tartrazina quando não padronizado pode perigar à saúde dos consumidores, com isso é indispensável o seu controlo como forma de assegurar a qualidade de vida. Diversos países estabelecem quantidades máximas para o consumo, porém infelizmente a nível do Governo Provincial de Saúde de Sofala através do sector de epidemiologia foi notado fraco conhecimento relativo aos corantes artificiais e a quantidade diária recomendada facilitando o aparecimento de diversas patologias nos consumidores de sumos artificiais em pó. Com isso houve necessidade de fazer uma avaliação do teor da corante tartrazina em

amostras de sumos em pó e comparar com o padrão da OMS, para assegurar a qualidade de vida populacional visto que não é conhecida a concentração e quantidade utilizada em sumos artificiais.

## **Metodologia da pesquisa**

Para consolidação do trabalho foi aplicado a seguintes métodos.

### **Método bibliográfico**

Que consistiu em busca de livros, artigos, internet e outros para sustentar o desenvolvimento da pesquisa, pós para Gil (2008, p.6), “a pesquisa bibliográfica é desenvolvida com base em material já elaborado, constituído principalmente em livros e artigos científicos”.

### **Método comparativo**

Que se baseou na comparação do teor de tartrazina em amostras de sumos em pó comercializados na Cidade da Beira e o parâmetro recomendado pela OMS. O método comparativo ocupa-se da explicação dos fenômenos e permite analisar o dado concreto, deduzindo desse “os elementos constantes, abstrato e gerais.” (LAKATOS & MARCONI, 2007:107).

### **Observação direta**

Consistiu na verificação das marcas de sumos em pó que contém a corante tartrazina comercializados no mercado informal do esturro e mercado central da Munhava, pelo que são locais de maior comércio, pós segundo (LAKATOS & MARCONI, 2002:87) observação é o instrumento básico de coleta de dados em todas as ciências, sendo importante para a construção de qualquer conhecimento.



## **Entrevista**

Com a técnica entrevistou-se a Direção Provincial de Saúde de Sofala - departamento de epidemiologia e saúde pública e ao laboratório de águas e alimentos com objectivo de colher informações de patologias causados pela corante tartrazina, pós LAKATOS & MARCONI (2009, p.106) afirmam que entrevista é um encontro de duas pessoas, afim de que uma delas obtenha informações a respeito de um determinado assunto, mediante a uma conversação.

## **Método estatístico**

O papel do método estatístico é, essencialmente, possibilitar uma descrição quantitativa da sociedade, considerada como um todo organizado. (GIL, 2008:17). Este método consistiu na determinação do teor de corante tartrazina nas amostras, cálculo de desvio padrão, variância, coeficiente de variância e teste de confiança dos resultados, elaboração de gráficos e tabelas.

## **Método experimental**

Para GERHARDT & SILVEIRA (2009:36), a pesquisa experimental consiste em determinar um objeto de estudo, selecionar as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definir as formas de controlo e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto. Na pesquisa foi usado na recolha de diversas amostras de sumos artificiais em pó com marcas e sabores distintos, comercializados no mercado informal do esturro e mercado central da Munhava, pelo fato de serem locais de maior comercialização de sumos em pó que foram analisados no Laboratório de Química da Universidade Pedagógica- Delegação da Beira afim de determinar-se o teor de corante tartrazina presente através do método

espectrofotométrico de absorção molecular na região ultravioleta- visível, de marca ZHIMADZO, modelo: 1280.

Na pesquisa foram colhidas três marcas de sumo artificiais em pó contendo tartrazina, COOL DRINK: 07 sabores (laranja, manga, cocktail, coco-ananás, ananás, mentol e banana), SUCCO: 03 sabores (mistura, manga e ananás), PROMEX: 03 sabores (manga, banana e limão), totalizando 13 amostras.

**Figura 01:** As três marcas de sucos analisadas



Fonte: Autores, 2023

## Parte experimental

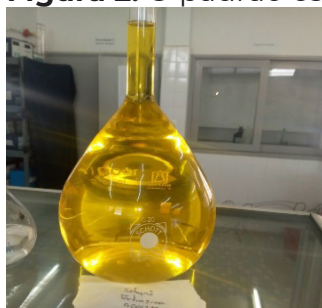
### Preparação das amostras

Pesou-se 0,125g de sumo, dissolveram-se em 20ml de metanol amoniacoal e agitou-se. Transferiu-se para um balão de 100 ml filtrando-se e foi adicionando-se a porção de 10 ml de metanol amoniacoal até que a amostra ficasse incolor para extração. Completou-se o volume do balão com a mesma solução. Mediu-se as absorbâncias em triplicata das soluções padronizadas usando como branco a solução do metanol amoniacoal e construiu-se as curvas de calibração onde posteriormente determinou-se a concentração do corante tartrazina nas amostras.

### Preparação do padrão

O padrão foi importado da china, através do mercado online, e com ele preparou-se 1000 ml de solução estoque de concentração de 0,125g/ml para o corante amarelo tartrazina.

**Figura 2:** O padrão estoque da corante tartrazina.



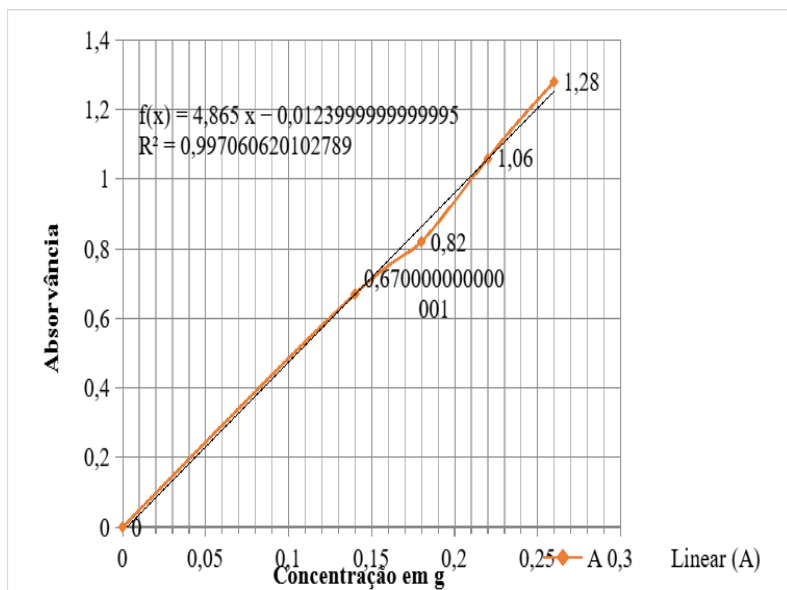
**Fonte:** autores, 2023

*Para as curvas analíticas, preparou-se 4 padrões de trabalho, nas concentrações de: 0,14 g/mL; 0.18g/mL; 0.22g/mL e 0.26g/ml.*

## Construção da curva de calibração padrão

Para o emprego da curva de calibração foi preponderante preparar 4 padrões de trabalho com posterior leitura da sua absorvância no espectrofotômetro.

**Gráfico 1:** Curva de calibração padrão das concentrações diferenciadas de tartrazina.



**Fonte:** Autores, 2023

Para a validade da regressão linear recorreu-se ao programa Excel que segundo o mesmo encontrou-se o valor do  $R = 0,99$  aproximando-se assim da regressão eficiente que é igual a 1. Com inclinação do gráfico em função de  $x = -1,28$  e em função do  $y = -0,26$ .

Com base na curva padrão acima calculou-se as concentrações das amostras com recurso a Lei de Lambert-Beer como ilustra a tabela abaixo:

Tabela 6: Concentração do padrão para curva de calibração em diversas concentrações conhecidas.

	[Tartrazina]g	Abs media	Y (nm)
Padrões	0.14g/ml	0.676	426.5
	0.18g/ml	0.819	426.5
	0.22g/ml	1.062	426.5
	0.26g/ml	1.282	426.5

Fonte: Autores, 2023

## Apresentação e discussão dos resultados

Ao longo da Direção Provincial de Saúde de Sofala constatou-se a inexistência de normas ou legislação de uso de corantes assim como também não se faz análises de corantes em alimentos.

## Resultados de análise laboratorial

Por meio da resolução de sistemas de equações lineares obteve-se a concentração de cada corante presente em misturas. Para isto, foi necessário determinar, pela Lei de Beer, a absorvidade molar ( $\epsilon$ ) para cada corante nos comprimentos de onda de interesse e posterior comparação das concentrações da tartrazina da matriz e os padrões recomendados pela OMS/MISAU.

## Comparação da concentração do padrão com a das amostras

Tabela 2: Dados da solução padrão

Solvente (ml)	Y (nm)	[Tartrazina] g/ml	[Padrão de tartrazina] g/ml
1000	426.5	0.125	0.1
100	426.5	0.0125	0.01
50	426.5	0.000625	0.02

Fonte: Autores, 2023

Foi aplicado teste T com propósito de verificar os limites de confiança dos resultados das amostras e comparar o teor de tartrazina com o recomendado pela OMS (valor padrão 0,02g/50ml).

## Marca SUCOO

Os resultados obtidos da análise de três sabores do sumo de marca SUCOO mostram que todos os sabores estão dentro dos parâmetros da OMS com exceção do sabor de manga, pelo que o seu consumo pode perigar a saúde dos consumidores, como mostra a tabela 3.

**Tabela 3:** Resultados de dados experimentais obtidos de amostras de sabores de mistura, ananás e manga.

Sabores	ABS	Conc. g/ml	Desvio Padrão	Variância	DPR	CV	CR 95%
Mistura	0.202	0.008	0.002	0.002	0.012	1.22%	0.004 -0.012
Ananás	0.108	0.004	0.001	0.001	0.009	0.92%	0.002 -0.006
<b>Manga</b>	<b>177</b>	<b>7.57</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>0.005</b>	<b>0.56%</b>	<b>5,71 - 9,37</b>

**Fonte:** Autores, 2023

## Marca PROMEX

Os resultados da análise de tartrazina de três sabores encontram-se dentro do recomendado pela OMS em termos de concentração de tartrazina, pelo que não apresenta riscos a saúde dos consumidores, como mostra a tabela 4.

**Tabela 4:** Dados experimentais obtidos na análise das amostras de sabores de manga, banana e limão.

Sabores	ABS	Conc. g/ml	Desvio padrão	Var	DPR	CV	CR 95%
<b>Manga</b>	0.38	0.016	0.001	0.001	0.002	0.23%	0.014 - 0.017
<b>Banana</b>	0.127	0.005	0.001	0.001	0.007	0.78%	0.003 - 0.007
<b>Limão</b>	0.124	0.005	0.001	0.001	0.008	0.8%	0.003 - 0.007

**Fonte:** Autores, 2023

## Marca COOLDRINK

Os resultados das análises de seis sabores mostram que o teor de tartrazina no sumo em pó de marca COOLDRINK encontram-se fora do recomendado pela O.M.S/MISAU, pelo que o seu consumo pode perigar a saúde dos consumidores com excepção do sabor de ananás-coco cujo seu teor encontra-se dentro dos parâmetros recomendados pelo OMS/MISAU como mostra a tabela 5.

**Tabela 5:** Dados de análises da concentração da tartrazina em amostras de sumo em pó de sabores de mentol, banana, mistura, laranja, manga e ananás-coco.

Sabores	ABS	Conc. g/ml	Desvio padrão	Var	DPR	CV	CR 95%
<b>Mentol</b>	0.836	0.035	0.001	0.001	0.001	0.11%	0.033-0.037
<b>Banana</b>	0.351	0.015	0.001	0.001	0.002	0.28%	0.017-0.020
<b>Mistura</b>	0.707	0.030	0.001	0.001	0.001	0.14%	0.027-0.030
<b>Laranja</b>	1.168	0.050	0.001	0.001	0.001	0.14%	0.047-0.050
<b>Manga</b>	1.208	0.051	0.001	0.001	0.001	0.14%	0.049-0.053
<b>Ananás-coco</b>	0.173	0.007	0.001	0.001	0.005	0.57%	0.005-0.009

**Fonte:** Autores, 2023

## Conclusões

Para a marca Sucoo, os teores de tartrazina dos sabores analisados (0.008g/ml e 0.004g/ml) estão dentro dos padrões recomendados pela OMS (0.02g/50ml) com exceção do sabor de manga que apresenta concentração fora do recomendado (7.57g/ml).

Para a marca Promex, os teores de tartrazina dos três sabores analisados (0.016g/50ml; 0.005g/50ml e 0.005g/50ml) estão dentro dos parâmetros estabelecido pela OMS (0.02g/50ml<sup>36</sup>).

Para a Marca Cooldrink, Sabor de mentol (0.035g/50ml), banana (0.015g/50ml), mistura (0.030g/ml), laranja (0.050g/ml), manga (0.051g/50ml), estão fora dos parâmetros recomendados pela OMS (0.02g/50ml) com exceção de sabor de ananás-côco.

## Referências

- ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária, Referência bibliográfica de documentos eletrônicos, <http://www.anvisa.gov.br>. Acesso em: janeiro/2011.
- ALTINÖZ, S.; TOPTAN, S. Determination of Tartrazine and Ponceau-4R in Various Food Samples by Vierordt's Method and Ratio Spectra First-Order Derivative UV Spectrophotometry. *J. Food Composition and Analysis*, v. 15, p. 667 – 683, 2002.
- BAFANA, A.; DEVI, S. S.; CHAKRABARTI, T. Azo dyes: past, present and the future. *Environmental Reviews*, v.19, p.350-70, 2011.
- DRAKE, J.J.P. Food Colours - Harmless Aesthetics or Epicurean Luxuries? *Toxicology*, v. 5, p. 3 – 42, 1975.
- DOWNHAM, A.; COLLINS, P. Colouring our Food in The Last and Next Millennium. *International Journal of Food Science and Technology*, v. 35, p. 5 – 22, 2000.
- FDA. Food and drug administration referência bibliográfica de documentos eletrônicos. Disponível em <http://vm.cfsan.fda.gov/list.html>. Acesso em 2 ab. 2004.
- FOOD INGREDIENTS BRASIL, n° 9, 2009. Disponível em: [www.revista-fi.org.br](http://www.revista-fi.org.br). Acesso em: Abril de 2012.



FAO – FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED STATES. Chemical risks and JECFA. 2015. Disponível em: <<http://www.fao.org/food/food-safety-quality/scientific-advice/jecfa/en/>>. Acesso em: 7 set. 2015.

GIL, António Carlos, como elaborar projectos de pesquisas, 4ª ed. São Paulo: atlas, 2008.

GERHARDT, Tatiana Engel e SILVEIRA, Denise Tolfo [org.]. Métodos de pesquisa. Porto Alegre: Editora da UFRGS, 2009;

GOSETTI, F.; GIANOTTI, V.; POLATI, S.; GENNARO, M.C.. HPLC-MS degradation study of E110 Sunset Yellow FCF in a commercial beverage, Journal of Chromatography A, v.1090, p.107 – 115, 2005.

HUNGER, K. Industrial dyes: chemistry, properties, applications. Weinheim: Wiley-VCH Publishers, 2003. On the toxicology and metabolism of azo dyes. *Chimia*, v.48, n.11, p.520-2, 1994.

HARRIS, Análise Química Quantitativa. 7. Ed. Capítulo 19, seção 19.1, Análise de uma mistura.

<https://www.google.co.mz/maps/place/Beira/@19.8302457,34.868521,14z/data=!4m5!3m4!1s0x1f2a6a5f5daa047c1:0xa1d3dd2e50b3b6e6!8m2!3sado> em 07/fevereiro/18].

LUTZ, Instituto Adolfo, Métodos físicos-Químicos para análise de alimentos, 4a edição, 2005.

LEDERER, J. Alimentação e Câncer. Ed. Manole Dois – São Paulo, 1990.

PINHEIRO, F. A.; CARDOSO, W. S.; CHAVES, K. F.; OLIVEIRA, A. S. B.; RIOS, A. S. Perfil de Consumidores em Relação à Qualidade de Alimentos e Hábitos de Compras, Unopar Científica – Ciências Biológicas e da Saúde, Londrina, v.13, n.2, p.95-102, 2011.

PRADO, GODOY, corantes artificiais em alimentos, Araquara, 2003.

PRODANOV Cléber; FREITAS Ernâni. Metodologia do trabalho científico: Métodos e Técnicas da Pesquisa e do Trabalho Acadêmico. Novo Hamburgo - Rio Grande do Sul - Brasil 2013.

POLÔNIO, M. Lúcia Teixeira; PERES, Frederico – Consumo de aditivos alimentares e efeitos à saúde: desafios para a saúde pública brasileira. *Cad. Saúde Pública*. 25 (8) (2009), 1653-1666. [Acedido a 5 de dezembro de 2014]

Disponível na Internet: <http://www.scielo.org/pdf/csp/v25n8/02.pdf>.

QUEIJA, C.; QUEIRÓS, M. A.; RODRIGUES, L. M. A cor dos Alimentos. Química – Boletim da Sociedade Portuguesa de Química, v. 80, p. 6 – 11, 2001.

RICHARDSON, Roberto. Pesquisa social: métodos e técnicas. 3ª Edição. São Paulo. Atlas. 1999.

RODRIGUES, Adriano Duarte, «prefácio á edição portuguesa», in PROPP, Vladimir, Morfologia do Conto, ed. Vega, 2007.

REYES, F. G. R.; VALIM, M. F. C. F. A.; VERCESI, A. E. Effect of Organism Synthetic Food Colours on Mitochondrial Respiration. Food Additives and Contaminants, v. 13, n.1, p. 5 –11, 1996.

REHOREK, A.; TAUBER, M.; GEUBITZ, G. Application of power ultrasound for azo dye degradation. Ultrasonics Sonochemistry, v. 11, p. 177–182, 2004.

SCHUMANN, Simone Pinheiro Alves; POLÔNIO, Maria Lucia Teixeira; GONÇALVES, Édira Castello Branco de Andrade. Avaliação do consumo de corantes artificiais por lactentes, pré-escolares e escolares. Ciência e Tecnologia Alimentar, Campinas, SP: 28(3): 534-539, 2008.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. Fundamentos de Química Analítica. 8a ed., São Paulo: Thomson Learning, 2006.

SOFIA MENDES LEAL, Cláudia. Química industrial: solubilidade de corantes, Universidade da beira Interior: Dissertação de mestrado. 2011

TAKAHASHI, M.Y.; YABIKU, H.Y.; MARSIGLIA, D.A.P. Determinação quantitativa de corantes artificiais em alimentos, volume 48, p.7-15, 1988.

World Health Organization (WHO) – [Em linha]. Geneva-Switzerland, 2014. [Acedido a 5 de Dezembro de 2014] Disponível na Internet: <http://www.who.int/topics/en/>

## Capítulo V

### **Avaliação do teor de vitamina c na banana (musa ssp) produzida no distrito de macate província de manica**

Eduardo Frederico Machava  
Carlos José Domingos Alface  
António Mungofa

#### **Introdução**

A Banana é uma das frutas mais consumidas em todo o mundo, sendo cultivada em aproximadamente 130 países. Em Moçambique a produção de Banana para fins comerciais em grandes dimensões é feita nas províncias de Maputo, Nampula e Manica (MUATIACALE, 2016, p. 5).

Deste modo, a Banana constitui uma das frutas de extrema importância na alimentação humana, uma vez que através de seu consumo pode-se adquirir diversas vitaminas e substâncias que são de essencial importância para um bom funcionamento do organismo humano, no entanto, a carência de seu consumo, por sua vez, torna seu desempenho vulnerável. Sendo assim, a Banana é uma boa fonte de vitaminas C, que ajuda a manter a pele, o tecido conjuntivo e estimula a absorção de ferro no intestino. Os indivíduos que não ingerem vitamina C suficiente desenvolvem o escorbuto que causa fadiga, sangramento e má cicatrização (MACHADO, 2017, p. 16).

Esta pesquisa com tema de “Avaliação do Teor de Vitamina C na Banana Produzida no Distrito de Macate Província de Manica”, pretende quantificar o teor de vitamina C na Banana produzida no Distrito de Macate e procurar saber se o mesmo satisfaz o teor mínimo de vitamina C determinado na Banana pela OMS.

## **Tipo de Estudo**

A presente pesquisa é quantitativa, isto é, procura quantificar o teor de vitamina C em Bananas produzidas no Distrito de Macate, visto que segundo Richardson (1999, p. 33), a pesquisa quantitativa é caracterizada pelo emprego da quantificação, tanto nas modalidades de coleta de informações como no tratamento.

## **Metodologia**

Para a realização desta pesquisa, foram aplicados alguns métodos convenientes ao tema em investigação, tais como:

## **Consulta Bibliográfica**

Que consistiu na recolha de materiais já escritos, constituídos principalmente por livros, artigos científicos já publicados oficialmente e outras fontes relacionadas com o tema do trabalho. Sendo assim, através deste método o autor foi capaz de selecionar diversas bibliografias que abordam de forma teórica os conteúdos referentes ao tema.

## **Pesquisa de Campo**

Pesquisa de campo é um método que consistiu primeiramente na identificação da Banana (Variedade) mais produzida (Banana nanica), de seguida identificou-se os campos de elevada produção e por fim colectou-se vinte (20) amostras de Banana.

Deste modo, no processo de identificação dos campos, destacou-se vinte (20) campos de produção em grande escala da Banana nanica. Conforme ilustra a Tabela abaixo.

**Tabela 1:** Localização dos campos da coleta de amostras (**C=Campo**)

<b>Campos</b>	<b>Localização</b>
<b>C1; C2; C3; C4; C5; C6</b>	Marrabenta
<b>C7; C8; C9; C10</b>	Tigre de Ouro
<b>C11; C12; C13; C14;</b>	Nhambassa
<b>C15; C16; C17;</b>	Gojombe
<b>C18; C19; C20;</b>	Mudzumbe

**Fonte:** Autores, 2023

Com base na tabela acima verifica-se que, dos cinco Bairros encontrados no local do estudo (Macate), os Bairros que apresentam menos campos de elevada produção de Bananas são Mudzumbe e Gojombe com três (3) campos, de seguida Nhambassa e Tigre de Ouro com quatro (4) campos e por fim encontra-se Marrabenta com mais campos de elevada produção (seis campos).

## **Coleta de Amostras**

A coleta das amostras de Banana foi realizada sob auxílio dos seguintes materiais:

- I. Etiqueta;
- II. Fita Adesiva;
- III. Faca;
- IV. Sacos Plásticos;
- V. Marcador;
- VI. Luvas;
- VII. Tesoura;
- VIII. Máquina fotográfica

As amostras foram colhidas no período de manhã, de acordo com as recomendações do Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos. Portanto, com auxílio de uma faca removeu-se as Bananas mais amarelas do que

verde, segundo a classificação da escala de maturação de Von Loesecke.

Sendo assim, as Bananas foram extraídas nas bananeiras situadas nas extremidades e no centro dos campos de seguida foram acondicionados em saco plástico e colocados na caixa térmica (colmem).

## **Método Experimental**

Este método consistiu em submeter as amostras de Banana em análises laboratoriais.

Assim sendo, no mês de Dezembro de 2017 foram realizadas as análises laboratoriais de amostras de Banana no Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos (LHAA) da Beira, tendo como objectivo quantificar o teor de vitamina C da Banana produzida em Macate, pelo método de titulação iodométrica.

## **Método Estatístico**

Após as análises laboratoriais (determinação do teor de Vitamina C) os dados foram tratados com base no método estatístico, que consistiu em efetuar o teste de hipóteses. Pela natureza da pesquisa foi aplicado o teste t (t-Student) que consistiu em testar as hipóteses levantadas.

## **APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS DA PESQUISA**

As amostras de Banana submetidas para análises laboratoriais de modo a determinar o teor de vitamina C, ofereceram os seguintes resultados:

**Tabela 5:** Resultado de análise laboratorial do teor de vitamina C na banana.

Campos	Teor de Vitamina C (mg/100g)	Campos	Teor de Vitamina C (mg/100g)
C <sub>1</sub>	7,04	C <sub>11</sub>	8,62
C <sub>2</sub>	7,04	C <sub>12</sub>	7,92
C <sub>3</sub>	8,62	C <sub>13</sub>	7,04
C <sub>4</sub>	7,04	C <sub>14</sub>	7,92
C <sub>5</sub>	8,62	C <sub>15</sub>	8,62
C <sub>6</sub>	8,62	C <sub>16</sub>	8,62
C <sub>7</sub>	7,04	C <sub>17</sub>	8,62
C <sub>8</sub>	8,62	C <sub>18</sub>	7,92
C <sub>9</sub>	7,04	C <sub>19</sub>	8,62
C <sub>10</sub>	7,04	C <sub>20</sub>	7,04

**Fonte:** Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos

Com base na tabela acima verifica-se que a Banana produzida no Distrito de Macate, apresenta teores de vitamina C que variam de 7,04 mg/100g (teor mínimo) à 8,62 mg/100g (teor mais elevado). Portanto quando comparado com o teor mínimo de vitamina C determinado pela OMS que é de 6,9 mg/100g (Vide Tabela 2, p. 18), a Banana do Distrito de Macate apresenta teor de vitamina C mais elevado. No entanto, essas desigualdades ( $7,04 \text{ mg}/100\text{g} > 6,9 \text{ mg}/100\text{g}$  e  $8,62 \text{ mg}/100\text{g} > 6,9 \text{ mg}/100\text{g}$ ), revelam o valor nutricional que a Banana produzida em Macate dispõe, sobretudo no que tange a vitamina C e assume-se como fonte adequada de vitamina C.

De acordo com a RDC<sup>1</sup> n ° 27, de 13 de janeiro de 1998 (BRASIL, 1998) citado por Nogueira (2011, p. 39), para

um alimento ser denominado fonte de vitamina precisa fornecer 15% da IDR (Ingestão Diária Recomendada) esta por 100g, caso seja sólido ou 7,5% da IDR, caso seja líquido. No caso da vitamina C, cujo IDR é 45 mg por dia, 7,5% corresponde a 3,3 mg e 15% da IDR corresponde a 6,7 mg.

Considerando estes valores, observa-se que a Banana produzida no Distrito de Macate enquadra-se no atributo fonte de vitamina C, pois, no seu estado sólido fornece 17,5% da IDR correspondente a 7,88 mg/100g.

Para se testar as hipóteses acima levantadas, baseou-se nos resultados obtidos das análises laboratoriais. Assim sendo, estabeleceu-se o nível de significância de 0.05 equivalente a 5%, isto é, a probabilidade de rejeitar-se a hipótese nula que diz que o teor de vitamina C da Banana produzida em Macate satisfaz o mínimo determinado pela OMS, é de 5%. No entanto, existe uma probabilidade de 95% (nível de confiança) de aceitar a hipótese nula.

Com base nos cálculos efetuados, verifica-se uma operação de determinação da média das amostras de Banana de Macate, que é o resultado do somatório dos valores obtidos em cada amostra dos campos de Macate dividido por números de amostras, essa operação matemática culminou com seguinte resultado 7.88, o que significa que, a Banana de Macate apresenta uma média elevada de teor de Vitamina C em relação ao teor mínimo de vitamina C determinado pela OMS.

Com os cálculos efetuados (estatístico do teste t) e (determinação do valor crítico) obteve-se os seguintes resultados:

Para T observado foi de 5.8891 e para o valor crítico tabelado (tc) foi de 1.729. Deste modo, como o T observado é maior que o valor crítico tabelado ( $5.8891 > 1.729$ ), ao nível de significância de 5% e nível de confiança de 95%, não se rejeita a hipótese nula, ou seja, não há evidências estatísticas suficientes para se rejeitar a hipótese que



diz que o teor de vitamina C da Banana produzida em Macate satisfaz o mínimo determinado pela OMS.

## **Conclusões**

A partir dos resultados obtidos durante a pesquisa pode-se concluir que:

Os teores de vitamina C da Banana produzida em Macate dos campos analisados variam de 7,04 mg/100g a 8,62 mg/100g.

Os teores de vitamina C da Banana produzida em Macate são mais elevados em relação ao teor mínimo de vitamina C determinado pela OMS.

Não há evidências estatísticas suficientes para rejeitar-se a hipótese de que o teor de vitamina C da Banana produzida em Macate satisfaz o mínimo determinado pela OMS, ou seja, a Banana produzida em Macate satisfaz o teor mínimo de vitamina C determinado pela OMS.

## **REFERÊNCIAS**

- AMORIM, Thiago Perito. Avaliação físico – químico de polpa e de casca de Banana in natura e desidratada. Universidade Federal do rio grande do sul. São Paulo: Porto Alegre, 2012.
- ARAÚJO, Maria Ivanilde e BALIEIRO, Antônio Alcirley da Silva. Bioestatística. São Paulo: Saraiva, 2002.
- CARMO, Ana Flávia Dos Santos. Propriedades funcionais da biomassa e farinha de Banana verde. São Paulo: Universidade de são Paulo, 2015.
- GIL, A. Métodos e técnicas de pesquisa social. 6. Atlas, 2008.
- LAKATOS, Eva Maria e MARCONI, Marina de Andrade. Metodologia do Trabalho Científico. 5. Atlas, 2003.
- MUATIACALE, Teodato Adelino António Sanveca. Elaboração e Avaliação Sensorial de Licores Caseiros de Banana e de Banana Com Anis. Monografia. Universidade Católica de Moçambique. Chimoio, 2016.
- NOGUEIRA, Fernanda dos Santos. Teores de ácido

I-ascórbico em frutas e sua estabilidade em sucos. Dissertação. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. São Paulo: Campos dos Goytacazes, 2011.

SILVA, Jessica de Lima e DOS SANTOS, Jeferson Rodrigo. Determinação dos teores de vitamina c em diferentes sucos naturais e industrializados. Universidade Camilo Castelo Branco. São Paulo: S/d, 2007.

TEMOTEO, Jorge e GOMES, Estêvão. Avaliação de vitamina C, acidez e pH em polpas de acerola, cajá e goiaba de uma marca comercializada em Maceió-Alagoas. Maceió- Alagoas: 2012.

## Capítulo VI

### **Avaliação do Teor de Iodo no Sal da Cozinha Comercializado no Mercado Maquinino na Cidade da Beira**

Márcio Abílio Mário Jone  
Carlos José Domingos Alface

#### **INTRODUÇÃO**

A presente pesquisa visa avaliar o teor de iodo no sal comercializado no mercado Maquinino na Cidade da Beira, província de Sofala. A iodização do sal é considerada o caminho mais eficiente para controlar os distúrbios por deficiência do iodo em virtude de ser amplamente aceito pela população mundial, uma vez que não afeta as propriedades organolépticas do sal.

O iodo é um micronutriente essencial para o organismo humano, e tem como única função a síntese de hormônios tireoidianos, a tiroxina e a triiodotironina, que regulam o metabolismo energético, mantendo o fluxo normal de energia, além de serem imprescindíveis para o crescimento físico e neurológico. O iodo pode ser adicionado no sal da cozinha nas formas de iodeto de potássio (KI) ou iodato de potássio (KIO<sub>3</sub>) (Zimmermann 2011).

Considerando que em Moçambique, 43% de crianças abaixo dos 5 anos de idade sofrem de desnutrição crônica por déficit de micronutrientes, segundo dados do último Inquérito Demográfico e de Saúde (IDS) de 2011, divulgados pelo Instituto Nacional de Estatística (INE) revelam que em adultos, mulheres grávidas e latentes a falta ou excesso de iodo induz a uma série de consequências negativas que serão aprofundadas no decorrer do trabalho.

## **METODOLOGIA**

### **Método Bibliográfico**

De acordo com GIL (2002), “ a pesquisa bibliográfica é desenvolvida com base em material já elaborado, constituído principalmente de livros e artigos científico”.

### **Método Experimental**

Quando determinamos um objeto de estudo, selecionamos as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definimos as formas de controlo e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto. Para tal, o pesquisador utiliza local apropriado, aparelhos e instrumentos de precisão, a fim de demonstrar o modo ou as causas pelas quais um fato é produzido, proporcionando, assim, o estudo de suas causas e seus efeitos (Prodanov & Freitas, 2013, p. 57).

Este método consistiu na recolha de amostras que foram adquiridas no mercado Maquinino e trazidas ao laboratório da Universidade Licungo - Extensão da Beira, onde foram efetuadas análises físico-químico para determinação de teor de iodo nas amostras de sal de cozinha. Para isso, usou-se a técnica de volumetria (titulação iodométrica).

### **Observação**

A técnica consistiu na observação de certos aspetos pertinentes tais como: observar o dia-a-dia dos vendedores de sal de cozinha, as condições de higiene e segurança desta atividade, a coloração do sal, cheiro, sabor, modo de venda (se exposto a luz do sol ou não) tipo de embalagem, até as respectivas condições de armazenamento, tendo constatado que 60% do sal da cozinha apresentou coloração branca translúcida e 40% cinza translúcido e no que diz respeito ao sabor e

cheiro, 100% apresentou um sabor salino característico e inodoro

Segundo Zimmermann (2011), o sal da cozinha pode apresentar tamanhos de partículas diferenciados, este fator deve-se as técnicas utilizadas na refinação do mesmo. No que concerne a coloração o sal da cozinha pode apresentar diferentes colorações, este fator deve-se a presença de impureza no meio em que foi extraído. A figura a seguir ilustra como o sal da cozinha é comercializado no mercado Maquinino.

**Figura 1: Sal da cozinha sendo vendido no mercado Maquinino**



Fonte: Autor, 2023

Durante a observação constatou-se que no mercado Maquinino o sal da cozinha é comercializado em condições anti-higiênicas, exposto a poeira e a luz do sol. No que diz respeito ao seu armazenamento o autor constatou que o sal é embalado em sacos porosos de 20kg a 50kg e guardado em armazéns específicos de sal da cozinha dentro do mercado.

Para Zimmermann (2011) em países tropicais como Moçambique o processo de iodização é feito com iodato de potássio ( $KIO_3$ ) por esta razão não está vedado a utilização de embalagens porosas uma vez que o mesmo é mais estável e resistente à oxidação em presença de impurezas higroscópicas.

## Entrevista

As entrevistas foram seguidas de um questionário de 8 perguntas abertas e fechadas simultaneamente com os vendedores no seu ponto de trabalho com vista a estabelecer maior liberdade dos entrevistados.

Foram entrevistados 10 vendedores escolhidos em diferentes pontos de venda dentro do mercado Maquinino, as entrevistas foram seguidas de um questionário de oito perguntas abertas e fechadas simultaneamente, com os vendedores nos seus pontos de venda com vista estabelecer maior liberdade dos mesmos.

Durante a fase da entrevista obteve-se a informação de que são comercializados no mercado Maquinino três diferentes marcas de sal de cozinha, nomeadamente: Iodised Salt, Sal de Mambone – Inhambane e Sal da “Praia Nova – Adubo Trigo”.

O nome “Praia Nova – Adubo Trigo” é uma designação do autor para identificar o sal de cozinha adquirido no Mercado Praia Nova, por este sal não possuir nenhuma marca no rótulo da embalagem e pelo mesmo estar embalado em sacos improvisados de adubos e de farinha de trigo, o autor decidiu designá-lo “Praia Nova – Adubo Trigo”; como pode ser visto na figura a seguir.

Figura 2. Sal em sacos de farinha de trigo e adubos.



Fonte: Autor, 2023

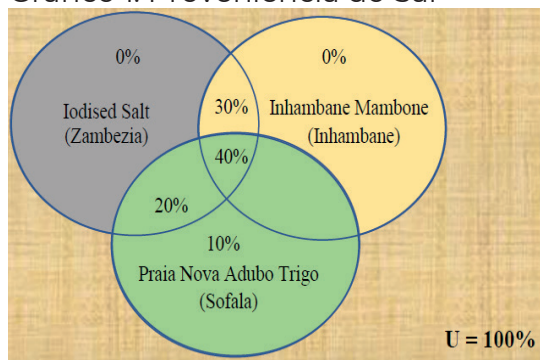
Durante esta fase constatou-se que o sal Adubo Trigo – Praia Nova, provem de salinas de produtores do sector familiar no distrito de Buzi.

Sobre a questão 1, a quanto tempo vendiam no mercado Maquinino.

Dois comerciantes que corresponde a 20% responderam que vendiam a menos de dois anos, três que corresponde a 30% reponderam que vendiam sal a menos de quatro anos, e outros cinco que correspondem a 50% responderam que estavam a mais de seis anos. Isto mostra que a maior parte dos vendedores de sal da cozinha no mercado Maquinino vende sal há bastante tempo, ou seja, são vendedores experientes.

Referente a questão 2, de onde vem o seu produto. Três vendedores que corresponde a 30% responderam que o seu produto vem da Iodised Salt e Inhambane Mambone; dois que corresponde a 20% vêm da Iodised e Salt e Praia Nova (Adubo Trigo); quatro que corresponde a 40% responderam que vem de qualquer lugar seja Iodised Sal, Inhambane Mambone ou Praia Nova e 1 que corresponde a 10% respondeu que adquire o seu sal exclusivamente da Praia Nova. Este fato ilustra que a maior parte dos vendedores de sal de cozinha comercializado no mercado Maquinino provem das províncias de Inhambane, Sofala e Zambézia.

Gráfico 1. Proveniência do Sal

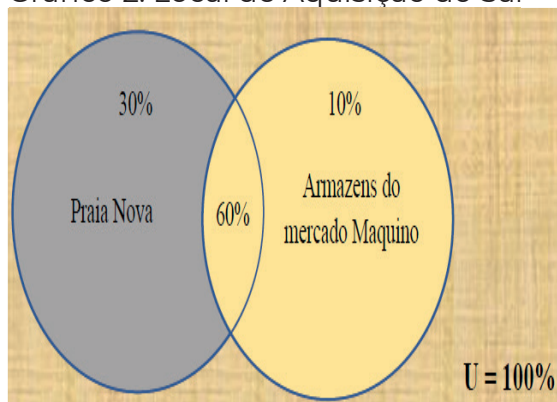


Fonte: Autor, 2023

Referente a questão 3, onde que adquire o seu produto.

Três vendedores que corresponde a 30% adquirem o seu produto nos armazéns no mercado Maquinino que por sua vez o mesmo provém da província de Inhambane e da Zambézia; um que corresponde a 10% respondeu que adquire o seu produto exclusivamente no mercado praia nova e outros seis que corresponde a 60% responderam que adquirem o seu produto em ambas as partes, isto é, pode ser no mercado praia nova ou armazéns no mercado Maquinino. Isto mostra que a maior parte dos vendedores de sal da cozinha no mercado Maquinino não tem um lugar fixo de aquisição deste produto.

Gráfico 2. Local de Aquisição do Sal



Fonte: Autor, 2023

Sobre a questão 4, se já ouviram falar de sal iodado.

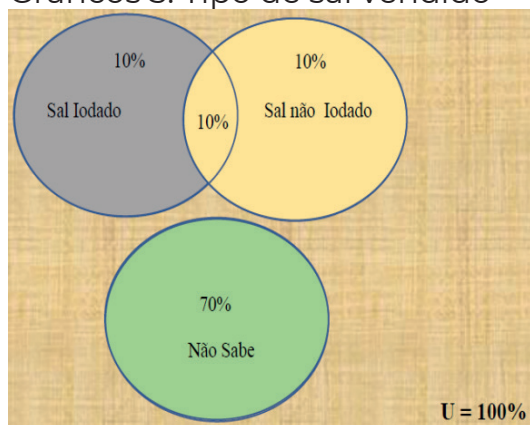
Todos que corresponde a 100% afirmaram já ter ouvido falar de sal iodado. Isto mostra que todos vendedores têm o conhecimento da existência do sal iodado.

No que diz respeito a questão 5, que tipo de sal eles vendiam. (Iodado ou não iodado). Um vendedor que corresponde a 10% afirmou que vende sal iodado,



um que corresponde a 10% afirmou que vende sal não iodado, um vendedor que corresponde a 10% afirmou vender ambos sais, e outros sete que corresponde a 70% afirmaram não saber se o sal que vendiam era iodado ou não iodado. Isto mostra que a maior parte dos vendedores mesmo sabendo da existência do sal iodado eles desconhecem o tipo de sal que vendem, revelando deste modo a falta de preocupação em relação ao iodo.

Gráficos 3. Tipo de sal vendido

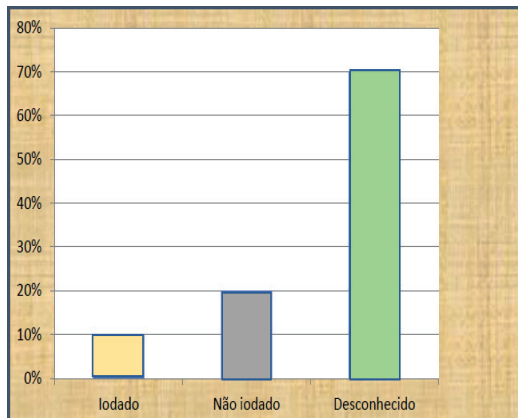


Fonte: Autor, 2023

No que diz respeito a questão 6, que tipo de sal prefere vender.

Um que corresponde a 10% prefere vender sal iodado por este ser de fácil aquisição para ele, dois que corresponde a 20% preferem vender sal não iodado pelo mesmo estar mais acessível a eles, outros 70% não responderam a questão pois não sabiam se o sal que preferiam era iodado ou não iodado. Isto mostra que a maior parte dos vendedores não tem uma preferência, visto que desconhecem o tipo de sal que vendem.

Gráficos 4. Preferência dos vendedores



Fonte: Autor, 2023

Referente a questão 7, sobre a importância do consumo de sal iodado.

Nove vendedores que corresponde a 90% responderam não saber sobre a importância do sal iodado na saúde humana. Isto mostra que a maior parte dos vendedores desconhecem a importância do consumo de sal iodado. Deste modo ficando claro a prevalência da ignorância nalgumas respostas:

“Sobre o sal iodado apenas posso dizer que ele é muito mais salgado.” (...) “Não sou muito fã de vender sal iodado porque é ele fino e entra muito no copo na hora de medir”.

“Eu vendo sal nesse bazar desde 2017, nunca apareceu ninguém a perguntar-me se o sal que eu vendo é iodado ou não, meus clientes apenas olham para a cor” acrescentou dizendo “Tenho muitos compradores porque por dia chego a vender 2 sacos de 20 quilos cada”, ficando então, percebido que eles e seus clientes não têm a noção da importância do consumo de sal iodado para a saúde. Os mesmos alegam ainda não ter conhecimento de nenhum caso de pessoas com problemas de saúde por causa do consumo de sal não iodado.

Uma vendedora correspondente a 10% que

aparentava entender um pouco sobre a importância do sal iodado, foi a mesma que julgou dizendo “A muito tempo eu já ouvi, mas não sei bem dizer onde, de que o sal não iodado provoca bócio.

Por mim, não existe melhor sal do que o natural pois durante a refinação com iodo há desperdícios.

Não há vantagem em consumir sal iodado uma vez que contém substâncias químicas. Além disso, eu já consumi tantos quilos de sal não iodado e ainda me sinto muito bem. Não sofro de nenhum problema de saúde”.

Diante destas respostas percebe-se que existe um grande número vendedores que não esta ciente da importância da venda e consumo de sal iodado, constata-se haver ainda uma grande resistência por parte dos vendedores em relação ao sal iodado. Apesar dos esforços feitos pela autoridade nacional em adoptar a iodização do sal como principal medida para prevenção e controle dos distúrbios por deficiência de iodo.

De acordo (Jornal Verdade, 2012) persiste o uso do sal não iodado, devido a fatores como as crenças culturais, o desconhecimento das vantagens do iodo para a saúde e também a falta de informação influenciam bastante, outro fator importante é à fraca disponibilidade deste condimento alimentar no mercado nacional. Os dados do último Inquérito Sobre Indicadores Múltiplos de 2008 indicam que no país apenas 25% da população consome sal devidamente iodado.

Segundo Yara Ngovene (2012), a maior parte da população moçambicana não sabe que a falta de iodo no sal e noutros alimentos degrada o cérebro, entre outros problemas tais como: aumento da mortalidade infantil, bócio (vulgo macucunja), cretinismo endêmico, abortos espontâneos, parto de nados mortos e de crianças com baixo peso, apático e doentes, má formação de fetos, hipotireoidismo, redução da capacidade de trabalhar, surdez e mudez.

Segundo os dados recolhidos na entrevista pode se identificar como principal causa de resistência ao consumo do sal iodado as seguintes:

- Baixa disponibilidade de sal adequadamente iodado no mercado;
- Baixo poder de compra dos consumidores;
- Deficiente fiscalização por parte das autoridades competentes;
- Desconhecimento da importância do iodo no organismo humano
- Fraca capacidade dos produtores do sector familiar em iodizar o seu sal.

Sobre a última questão, se existia alguma garantia de qualidade reconhecida a respeito do sal que eles vendiam.

Oito que corresponde a 80% não responderam à questão, apenas dois que corresponde a 20% responderam acreditando que o sal por eles vendido encontra-se devidamente iodado conforme está escrita no rótulo da embalagem 20-55ppm, figura 10. Isto mostra que a maior parte dos vendedores não tem nenhuma garantia de qualidade sobre o produto que comercializam.

Figura 3. Sal vendido nos armazéns do mercado Maquinino



Declaração nutricional / Nutrition Declaration	
Valor energético / Energy value	0%
Sulfato / Sulfates	0.32% w/w
Magnésio / Magnesium	0.30% w/w
Sódio / Sodium	91.34% w/w
Iodato de Potássio / Potassium iodate (Valores médios / Average values)	25 - 55 ppm

Melhor consumir antes de 30/12/2023

Fonte: Autor, 2023

A tabela abaixo é referente aos resultados obtidos nas experiências realizadas na Universidade Licungo.

Tabela 1: Resultados de análise de iodo na amostra de sal das marcas analisadas.

Marcas	Volume gasto nas titulações (ml)			Teor de iodo (ppm)	Padrão em ppm
	1ª	2ª	3ª		
Iodised Salt	2,4	2,5	2,5	26,01	20-55
Inhambane Mambone	2,7	2,6	2,5	27,49	20-55
Adubo	0,00	0,00	0,00	0,00	20-55

Fonte: Autor, 2023

A tabela acima mostra a avaliação dos teores de iodo nas diferentes marcas de sal de cozinha, onde os resultados indicaram o pico máximo 27,49ppm para a marca Inhambane Mambone, seguido de 26,01ppm para a marca Iodised Salt e mínimo de 0,00ppm na marca Adubo Trigo.

Segundo o Diploma Ministerial conjunto n.º 7/2000 entre o Ministério da Saúde e o Ministério da Indústria e Comércio pelo decreto 9/2016, somente é considerado próprio para consumo humano o sal que contiver teor igual ou superior a 20ppm ao limite máximo de 55ppm por quilograma.

Para a primeira e a segunda marca de sal os valores de teor de iodo indicam que estas encontram-se em conformidade com o estabelecido em Moçambique pelo MISAU/MIC. E para a última marca os valores de

teor de iodo indicaram uma não conformidade. Observando-se que o sal Adubo Trigo encontra-se em maior disponibilidade no mercado Maquinino devido ao seu preço que é relativamente baixo, isto revela um grande perigo para a saúde dos consumidores.

## **Conclusão**

Depois do estudo feito em relação ao teor de iodo presente no sal da cozinha comercializado no mercado Maquinino, chega-se às seguintes conclusões:

Os teores de iodo indicaram 27,49ppm na marca Inhambane Mambone seguido de 26,01ppm na marca Iodised Salt e 0,00ppm na marca adubo trigo.

Para a marca Inhambane Mambone o valor encontrado na análise encontra-se dentro do padrão recomendado pela MISAU/MIC, a marca Iodised Salt o valor obtido também se encontra dentro do padrão e a marca Adubo Trigo encontra-se não satisfaz o recomendado pela MISAU/MIC, pois este encontra-se abaixo do recomendado.

## **REFERÊNCIAS**

ABREVIADO, República de Moçambique Administração de Infraestruturas de Águas e Saneamento (AIAS) Plano de Reassentamento e Deslocalização de Infra-estruturas da Área do Goto Projeto de Reabilitação, Extensão E Operação Do Sistema de Drenagem Pluvial da Cidade da Beira. Adenda ii – infraestruturas verdes do rio Chiveve, 2019.

Annales d'Endocrinologie, 72, 164. 2011.

ATKINS, Peter; JONES, Loretta. Princípios de Química: Questionando a Vida Moderna e o Meio Ambiente. 3. ed. Tradução de Ricardo Bicca de Alencastro. Porto Alegre: Editora Bookman, 2006.

BERNADÁ, MARIA HELENA GUERRA. Seminário apresentado na disciplina BIOQUÍMICA DO TECIDO ANIMAL. Pós-Graduação em Ciências Veterinárias da Universidade Federal do Rio Grande do Sul 2004.

- BRANCO, Renata. O que é uma mina de sal. 2012 Disponível em: <<http://www.manutencaoesuprimentos.com.br/conteudo/5872-o-que-e-uma-mina-de-sal/>>. Acesso em: 09 mai. 2020.
- BURTON, B. T. Manual de nutrição na saúde e na doença. 3ª Ed. Bisord. São Paulo: 1987.
- CAVALHEIRO, A.C.L., DULCE, S.T. Os Minerais para bovinos e ovinos criados em pastejo. Sagra Luzzato, Porto Alegre. 1992. 142p.
- CAVALHEIRO, A.C.L., DULCE, S.T. Os Minerais para bovinos e ovinos criados em pastejo. Sagra Luzzato, Porto Alegre. 1992.
- FERRÃO, V. 2012. Compreender Moçambique: Política, Economia e Fatos Básicos. Maputo: Editora Escolar.
- FINOSAL. O Sal. Mossoró -RN. 2012. Disponível em: <<http://www.finosal.com.br/sal.php>>. Acesso em: 30 jan.2020.
- FORTE, Sérgio Henrique Arruda Cavalcante, Manual de elaboração de tese, dissertação e monografia. Fortaleza: Universidade de Fortaleza, 2006.
- FREEMN, Shanna. How Salt works. Disponível em: <<http://science.howstuffworks.com/innovation/edible-innovations/salt4.htm>>. Acesso em: 12/4/2019.
- Fuge, R.; Johnson, C. C. "Iodine and human health, the role of environmental geochemistry and diet, a review". Applied Geochemistry, 63, 282. 2015.
- GEORGIEVSKII, V.I.; ANNEKOV, B.N.; SAMOKHIN, V. T. Mineral Nutrition of Animals. Butterworths, London, 1982.
- GIL, Antônio Carlos. Como elaborar projectos de pesquisa. 4. Ed. São Paulo: Atlas, 2002.
- GOVENE Yara, Ministério da Saúde (MISAU), Instituto Nacional de Estatística (INE) e ICF International GOVERNO, Moçambique (2010). Plano de Acção Multissetorial para a Redução da Desnutrição Crónica em Moçambique 2011-2015 (2020). Maputo.
- ICFI. Moçambique Inquérito Demográfico e de Saúde 2011. Calverton, Maryland, USA: MISAU, INE e ICFI.
- Mais natureza. Salinas Disponível em: <<http://maisnatureza.com/geral/salinas>> Acesso em: 09 mai. 2020.
- MARCONI, Maria de Andrade, LAKATOS, Eva Maria, Metodologia científica: ciência e conhecimento científico, métodos científicos, teoria, hipóteses e variáveis, metodologia jurídica, 5ªed, São Paulo, editora atlas, 2009.

MARQUES, Heitor Romero e CASTILHO de Maria Augusto. Metodologia de Pesquisa e do Trabalho Científico; 2ª edição; UCDB editora, 2006.

NORSAL. O sal na história. Areia Branca – RN. Disponível em: <[http://norsal.com.br/o\\_sal/historia.html](http://norsal.com.br/o_sal/historia.html)>. Acesso em: 12 jan. 2020.

J. E.; MARCHINI, J. S. Ciências nutricionais. São Paulo: Sarvier, 1998.

SUTTON, John; Mapa Empresarial de Moçambique, IG-C-international Grou Center, Tradução do inglês feita pela Ana Gracias Duarte com o apoio do Samuel Zita, 2014. p 73-75.

ZIMMERMANN, M. B.; ANDERSSON, M. “Prevalence of iodine deficiency in Europe in 2010”



## Capítulo VII

### **Avaliação de Nível de Coliformes Totais e Teor de ácido cítrico em Refrigerante de Marca Frozy comercializado na Cidade da Beira**

Luís Agostinho Paulo  
Carlos José Domingos Alface

#### **Introdução**

A pesquisa intitulado ***avaliação do nível de coliformes totais e o teor de ácido cítrico em refrigerante de marca frozy comercializado informalmente na cidade da Beira***, é resultado da pesquisa realizada para a obtenção do grau de Licenciatura em ensino de Biologia na Universidade pedagógica da Beira.

Refrigerante é uma bebida gaseificada, obtida pela dissolução em água, de suco ou extracto natural, adicionado açúcar ou adoçantes e gás carbônico, com ingredientes opcionais normalmente aromas, acidulantes, corantes, conservantes e antioxidantes que proporcionam ao produto sabor, aroma, nutrientes, aparência e qualidades distintas (BRASIL, 2012).

Conhecido como citrato de hidrogênio, o ácido cítrico é o ácido mais utilizado pela indústria alimentícia e de bebidas, uma vez que apresenta propriedades antioxidantes, acidulantes, flavorizantes e reguladores de acidez. De um modo geral, preserva o sabor de bebidas e alimentos industrializados, regulando o pH, encobrendo o gosto desagradável de alguns compostos assim como neutralizando o paladar doce e acidificando o sabor (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2014).

A presença de coliformes nos alimentos é importante para a indicação de contaminação durante o processo de fabricação ou mesmo pós-processamento. Os

microrganismos indicadores são grupos ou espécies que, quando presentes em um alimento, podem fornecer informações sobre a ocorrência de contaminação fecal, sobre a provável presença de agentes patógenos ou sobre a deterioração potencial de um alimento, além de poder indicar condições sanitárias inadequadas durante o processamento, produção ou armazenamento (FRANCO, 2005).

## **Metodologia**

Para a realização da pesquisa o autor recorreu os seguintes procedimentos metodológicos e técnica:

### **Consulta Bibliográfica**

Que consistiu na leitura de livros, artigos, monografias, revistas relacionados com o tema em questão, para poder sustentar, discutir os resultados e tirar conclusões da pesquisa.

### **Método Experimental**

Que consistiu em submeter as amostras de refrigerante Frozy a análises no LHAA da Beira, para avaliar as características químicas e microbiológicas.

### **Método Estatístico**

Que permitiu fornecer os dados base no método no uso do teste 't' após submeter as análises laboratoriais.

### **Apresentação e discussão dos resultados da pesquisa**

As amostras de refrigerante Frozy submetidas a análises no laboratório de Higiene de água e alimentos da Beira apresentaram os resultados microbiológico e

químico, conforme mostra a tabela 7 e tabela 8 abaixo.

**Tabela 7:** Resultado de análise microbiológica de refrigerante Frozy.

Sabor (F-350ml)	Coliformes totais /10ml	Método
Lincha	<3	Tubos múltiplos
Laranja		
Uva		
Cola		
Coco ananás		
Maçã		
Maracujá		
Framboesa		
Limão		
Manga		

**Fonte:** LHAA, 2023

De acordo com a tabela 7 que referencia a análise dos coliformes totais, verifica-se que em todos os refrigerantes frozy a unidade de formação é inferior a três (<3) para todas as amostras de refrigerantes. Para CORDEIRO (2011), os coliformes totais pesquisados pela técnica do Número Mais Provável (NMP), em todas as amostras analisadas apresentaram <3 NMP/50mL evidenciando ausência destes microrganismos, enquadrando-se nos padrões estabelecidos pela legislação, evidenciando, portanto, que as Boas Práticas de Fabricação foram aplicadas corretamente em todos os níveis de procedimentos operacionais desta bebida não alcoólica.

Segundo RDC<sup>4</sup> n° 12, de 02 de janeiro de 2001 BRASIL, (2001), que aprova o regulamento Técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos, estabelece

<sup>4</sup> Resolução da Diretoria Colegiada

para refrigerante a ausência de coliformes totais em <3 NMP/50mL.

Na perspectiva de O'DONNELL, (2005) Associado à etapa de higiene, empregada pelas indústrias, outro fator importante que contribuiu para a ausência dos coliformes totais na elaboração do refrigerante, uma vez que o açúcar (sacarose) adicionado, é empregado para transmitir gosto doce, realçar o sabor dos componentes, dar corpo, ajudar na estabilização do CO<sub>2</sub> e fornecer valor energético, porém este reduz a atividade de água, sendo um fator intrínseco importante para diminuir a multiplicação dos coliformes.

Assim sendo, considerando o valor estabelecido pela OMS que é de <3 NMP para coliformes totais nos refrigerantes, verifica-se que, o refrigerante Frozy para todos os sabores analisados apresentam valores iguais ao preconizado pela OMS (tabela 03). apresentam resultados de análise química de refrigerante frozy.

**Tabela 8:** Resultado de análise químico

Sabor (F-350ml)	Acidez total (% p/v ácido cítrico)	Método
<b>Lincha</b>	0,77	Titulação com NaOH
<b>Laranja</b>	1,47	
<b>Uva</b>	0,129	
<b>Cola</b>	0,99	
<b>Coco ananás</b>	0,16	
<b>Maçã</b>	1,99	
<b>Maracujá</b>	2,38	
<b>Framboesa</b>	1,80	
<b>Limão</b>	2,75	
<b>Manga</b>	1,73	

**Fonte:** LHAA, 2023

Com base na tabela 8, verifica-se que os refrigerantes Frozy comercializados na cidade da Beira apresentam teores de ácido cítrico que variam de 0,129% sendo o teor mínimo a 2,75% o teor máximo.

Porém, os resultados obtidos quando comparado com o teor máximo recomendando pela OMS que é de 0,5% (tabela 04), verifica-se que os refrigerantes frozy de sabor a Uva, Coco ananás apresentam teores de ácido cítrico inferior, isto é, esses sabores apresentam teores que se enquadram nos padrões recomendados pela OMS. Entretanto, os sabores a Lincha, Cola Laranja, Manga, Framboesa, Maçã e Limão dispõem de teores mais elevados que o máximo recomendado, ou seja, não se enquadra nos padrões estabelecidos pela OMS para o teor de ácido cítrico nos refrigerantes.

Para MARMITT (2006) a presença de ácido cítrico é muito maior em produtos artificiais do que naturais. Sabendo-se que os sucos artificiais e refrigerantes são preparados com os ingredientes descritos na embalagem, nota-se que outros componentes podem afetar na quantificação do ácido cítrico presente para essas bebidas.

De acordo com a Portaria nº 544, de 16 de Novembro de 1998 BRASIL (1998), refrigerantes devem apresentar valores de acidez no mínimo 0,07% de ácido cítrico e um teor de sólidos solúveis de no mínimo 10 °Brix, quando produzidos com açúcar.

## **Teste de hipóteses**

Para se efetuar o teste de comparação de teor de ácido cítrico e coliforme totais com o parâmetro estabelecido pela OMS, recorreu-se ao teste t.

Com base nos cálculos efetuados, sobretudo estatística de teste t e valor crítico, verifica-se que o valor de  $t_{obs}$  foi de 2,785 e o valor crítico tabelado de 2,262. Assim sendo o valor de t observado ( $t_{bs}$ ) é maior que o

valor crítico tabelado ( $t_c$ ). Portanto, a um nível de significância de 5% rejeita-se a hipótese nula ( $H_0$ ) e aceita-se a hipótese alternativa ( $H_a$ ) de que o teor de ácido cítrico em Refrigerante Frozy é superior aos padrões estabelecido pela OMS.

## Conclusões

Feito as análises do refrigerante de marca frozy conclui-se:

- O nível de coliformes totais encontrados foi  $<3$  NMP (número mais provável) e o teor de ácido cítrico variam de 0,129% a 2,75%;
- Os refrigerantes de marca frozy apresentam nível de coliformes totais iguais ao estabelecido pela OMS, logo, não se rejeita a hipótese nula, que diz que o nível de Coliformes totais em Refrigerante da marca frozy comercializados na cidade da Beira não é superior ao padrão estabelecido pela OMS;
- O teor de ácido cítrico para refrigerante da marca frozy a sabor Uva, Coco Ananás apresentam teores inferiores ao estabelecido pela OMS, ou seja, se enquadra nos padrões recomendado pela OMS. Porém, os sabores a Lincha, Cola Laranja, Manga, Framboesa, Maçã e Limão dispõem de teores mais elevados que o máximo recomendado, ou seja, não se enquadram nos padrões estabelecidos pela OMS para o teor de ácido cítrico nos refrigerantes.
- Não há evidência estatística suficiente para si rejeitar a hipótese alternativa, que diz o teor de ácido cítrico em Refrigerante Frozy é superior aos padrões estabelecido pela OMS, ou seja, os refrigerantes de marca frozy apresentam teor de ácido cítrico superior ao estabelecido pela OMS.

## Referências

- ABIR - Associação Brasileira das Indústrias de Refrigerantes e Bebidas Não Alcoólicas. Brasil Bebidas não alcoólicas - Principais categorias – Evolução 2010-2014. Brasília, 2015.
- ALMEIDA, Ana Maria de Sousa. Características Biológicas E Antigênicas De Escherichia Coli Com Ênfase Aos Genes De Virulência, Goiânia, 2013.
- ARAUJO, Maria Ivanilde e BALIEIRO, António Alcirley da Silva. Bioestatística, Rio de Janeiro, 2002.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria do Ministério da Saúde nº 2.914 de 12 de janeiro de 2011.
- BRASIL. Portaria nº. 544, de 16 de novembro de 1998. Regulamento técnico para fixações dos padrões de identidade e qualidade para refrigerantes. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.
- BORGES, Ana Paula. Avaliação do teor de vitamina C em refrigerantes com adição de suco de frutas, 2010, p. 51.
- BORGES, Filipe. H.; DÁLCOL, P. R. T. Indústrias de processo: comparações e caracterizações. In: xxii encontro nacional de engenharia de produção, Curitiba, 2002.
- CRUZ, Graziela Fregonez Baptista, Docie técnico de fabricação de refrigerante, Rio de Janeiro, 2012.
- CORDEIRO, Camila Mayara, Qualidade microbiológica de refrigerantes industrializados comercializados na cidade de maceió, São Jose do Rio Preto, 2011.
- DA SILVA, Nilza Nunes e BERNAL, Regina I. T. Inferência Estatística & Teste de Hipoteses São Paulo: SBM, 2007.
- FERREIRA, Deisemara José. Abordagens para o problema Integrado de Dimensionamento e Sequenciamento de Lotes da Produção de Bebidas. 2006, 239 p.
- FERREIRA, Maria Carolina de Moraes. Sistemas de Qualidade na Produção de Refrigerantes com base na Satisfação de Consumidores, Rio de Janeiro, 2010.
- FRANCO, Bernadette D. G. M; LANDGRAF, Mariza, Maria Tereza Destro, Microbiologia dos Alimentos, São Paulo, Ed. Atheneu, 2005.p27.
- FRANCO, Identificação de corantes orgânicos artificiais em Refrigerantes de laranja comercializados na região Assis, Assis, 2011.
- FOOD INGREDIENTS BRASIL, Dossiê Antioxidante, São Paulo, 2014.

- GAVA, A. J.; Emprego de conservadores em alimentos. Bol. SBCTA, 1984.
- GELDREICH, Eduard Felix, E. Coliforms: A New Beginning To An Old Problem, IN: Coliforms and E. coli: Problem or Solution, D. Kay e C. Fricker Ed. London, p.11, 1997
- GIL, Antônio Carlos. Métodos e técnicas de pesquisa social. 6a ed. Atlas, São Paulo, 2008.
- GUBOLINO, Sandra Isabel. Qualidade físico-química e microbiológica de refrigerantes sabor guaraná em embalagens pet-2000ml e ocorrência de leveduras, São José do Rio Preto, 2007.
- INSTITUTO NACIONAL DE ESTATÍSTICA, Anuário Estatístico 2007. Maputo 2008: INE.
- LAKATOS, E. Maria. MARCONI, M. de Andrade. Metodologia do Trabalho Científico, 5a edição, Editora Atlas, 2003.
- LOVATO, Adalberto, Mário Luiz Santos EVANGELISTA e Costa Roque Ismael da GÜILLICH. Metodologia da Pesquisa: norma para apresentação de trabalhos. São Paulo: Edição Atlas, 2007.
- MARMITT, Luana Gabriela, determinação de ácido cítrico e ph em diferentes cultivares de limão e marcas de sucos artificiais de limão, São Paulo, v.8, 2006.
- NONATO, Isabel Lopes, Segurança Alimentar e Nutricional, Uberlândia, 2013.
- OLIVERA, Eduardo Augusto, Controle de qualidade em refrigerante, Londrina, 2007.
- O 'DONNELL, Kenneth P., Carbohydrate and intense sweeteners, Chemistry and Technology of Soft drinks and Fruit juices problems solved, P. R. Ashurst (ed.). Blackwell Publishing Ltd, 2005.
- OLIVEIRA, Ana Caroline, o impacto do consumo de refrigerantes na saúde de escolares do colégio gissoni, Rio de Janeiro, 2011.
- PALHA, P.G. Tecnologia de refrigerantes. Rio de Janeiro: AmBev, 2005.
- PEREIRS, Francisco Savio, Controle de Qualidade Numa Abordagem Analítica Química e Produtiva Industrial, Recife, 2015.
- RECOMENDAÇÃO IRAR n.º 05/2007, Desinfecção da água destinada ao consumo humano.
- REIS, E. Estatística descritiva. Edições. Silabo, 1996.
- RICHARDSON, R. J. Pesquisa social: métodos e técnicas. 3. ed. São Paulo: Atlas, 1999.



## Capítulo VIII

### **Avaliação do nível da implementação dos requisitos da norma NP ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da Cidade da Beira**

Gaspar Paulino Mahingue

Carlos J. D. Alface

#### **INTRODUÇÃO**

A presente pesquisa, cujo tema: Avaliação do nível da implementação dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos (LHAA) da cidade da Beira, preocupa -se em avaliar o nível da implementação dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 no LHAA da cidade da Beira, que é uma norma que regem nos laboratórios de ensaios e calibrações e que compreende todos os requisitos para uma boa gestão do laboratório e para realização das suas atividades com eficácia e na uniformidade dos resultados, ganhando assim uma confiabilidade do cliente e no seu reconhecimento internacional pela sua competência.

O LHAA da cidade da Beira, é um laboratório que pertence a direção provincial de saúde, e efetua análises diversas de águas e alimentos para clientes internos e externos. Tem a função de analisar, inspecionar e avaliar a qualidade de águas e alimentos destinados ao consumo humano ou para outros fins assim como águas residuais, em conformidade com os requisitos presentes num regulamento. Nesta perspectiva a Norma ISO/IEC 17025 ajuda os Laboratórios a criarem procedimentos e métodos de trabalho que garante uma eficácia na realização de ensaios e calibrações e evitar a repetição do mesmo trabalho por não conformidade.

O LHAA é uns dos laboratórios na cidade da

Beira que efetua análises de águas e alimentos, emitindo resultados para consumidores que abrange um alvo maior, no qual desconhece-se o nível da implementação dos requisitos da norma e da qualidade das suas atividades, podendo ter impactos negativos nos resultados de ensaios realizados e posteriormente comprometer a credibilidade dos seus clientes, por isso há necessidade de se conhecer o nível da implementação dos requisitos da norma NP ISO/IEC 17025 que compreende normas gerais para o Sistema de Gestão dos laboratórios de ensaios e calibrações

## **METODOLOGIA**

### **Método bibliográfico**

Na pesquisa usou-se método bibliográfico na busca de informações relevantes relacionadas com o tema, que consistiu em contato com artigos científicos, livros, monografias, que levou além a pesquisa e no final ajudou na interpretação e discussão dos resultados da pesquisa.

### **Método indutivo**

Usou-se o método indutivo durante a pesquisa no momento de acompanhamento de todas as atividades práticas do LHAA da cidade da Beira, observou-se com muita atenção o funcionamento e sistema de Gestão do laboratório que permitiu inferir os resultados.

### **Observação**

Observou-se dia a dia o sistema de gestão do laboratório durante um tempo de recolha de dados no LHAA da cidade da Beira, observou-se o nível da implementação e existência dos requisitos de gestão e técnicos, com base num guia de observação da norma ISO/IEC 17025.

## Entrevista

A entrevista foi aplicada com propósito de coleta de dados, onde o técnico e o responsável do Laboratório foram submetidos a uma entrevista com fins de saber se tem conhecimentos ou não da existência e objectivo da Norma ISO/IEC 17025.

## Amostra

Foram entrevistados um técnico e responsável do laboratório de Higiene de águas e alimentos da cidade da Beira para recolha de informações úteis para realização da pesquisa.

## Resultados e discussão

### ➤ **Apresentação e discussão dos resultados da entrevista**

Entrevistou-se apenas o responsável do laboratório e um técnico, pós segundo o responsável, apenas eles podiam dar informações a respeito do laboratório, portanto não foi possível entrevistar os restantes técnicos do laboratório. Onde colocou-se as seguintes questões:

1. **Os vossos ensaios e calibrações ou atividade desenvolvidas baseiam-se em alguma norma? Se sim qual é?**

Da questão, ambos responderam que as suas atividade baseiam-se numa norma descrita no boletim da república. Segundo o responsável e o técnico do laboratório, constatou-se que as atividade desenvolvidas no LHAA baseiam-se numa norma descrita no Boletim da República que é Decreto n. 53/2013 e Decreto n. 54/2013, 07 de Outubro, Moçambique Águas, Alimentos e Ambiente, que fornece parâmetros para controlo da qualidade dos alimentos consumidos no país e que tem

um papel fundamental na análise de águas e alimentos para garantir a qualidade, permitindo que a população consuma água e alimentos isentos de contaminação.

## **2. Já ouviu falar da norma NP ISO/IEC 17025?**

A esta questão, ambos afirmaram que já ouviram falar da Norma ISO/IEC 17025 e que conhecem a norma.

### **a) É uma norma nacional ou internacional?**

Da resposta, se conferiu que ambos responderam ser a norma ISO/IEC 17025 como sendo internacional. Esta resposta mostra que ambos têm a informação de que a norma é internacional.

### **b) Em quantas partes esta dividida (a norma ISO/IEC 17025)?**

O responsável do laboratório respondeu corretamente, que está dividida em duas partes que são requisitos de gestão e técnicos, mas o técnico desconhece em quantas partes parte está dividida a norma. As respostas sugerem que no LHAA da cidade da Beira alguns estão informados da norma, mas os outros não.

### **c) Qual é o objectivo ou propósito da norma?**

Da resposta dada, constatou-se que ambos desconhecem o propósito da norma NP ISO/IEC 17025.

Segundo GUIA IPAC (2010. p. 04), o propósito desta norma é especificar os requisitos gerais para a competência de um laboratório em realizar ensaios e/ou calibrações e estabelecer um padrão internacional para atestar a competência dos laboratórios para realizarem ensaios e ou calibrações, incluindo amostragem.

### **d) Quais são as vantagens da implementação dessa norma (ISO/IEC 17025) num laboratório de ensaios e calibrações?**

Constatou-se da resposta fornecida que ambos não conheciam as vantagens da sua implementação no laboratório, razão pela qual responderam negativamente. Segundo Sequeira (2013, p.06), a implantação da Norma a ISO 17025 trás muitos benefícios e enormes

vantagens no laboratório, a partir da melhoria da organização interna do laboratório, aspetos documentais, realização de serviços e definição de responsabilidades para cada funcionário dentro do laboratório e com isso aumenta de maneira significativa a produtividade da equipe do laboratório. Permite a confiança dos resultados e a segurança do cliente nos serviços fornecidos pelo pessoal do laboratório.

### ➤ **Apresentação e discussão dos resultados da observação**

Os dados da observação da implementação dos requisitos da norma NP ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos, estão representados nas tabelas 1 e 2, onde na tabela 1 são requisitos de gestão e na tabela 2 são requisitos técnicos.

Tabela 1: Representação dos resultados da observação dos requisitos de gestão

<b>Requisitos de Gestão</b>	<b>A</b>	<b>PA</b>	<b>NA</b>	<b>Pontos Máximos A = 2 PA = 1 NA = 0</b>	<b>Observações</b>
Organização	X			2	Há divisão clara de tarefas e compartimentos no laboratório
Sistema de Gestão	X			2	
Controlo dos documentos	X			2	
Análise crítica de pedidos, propostas e contratos	X			2	Faz-se uma análise crítica de todos os pedidos, propostas e contratos antes do trabalho
Subcontratação de ensaios e calibrações			X	0	Não faz subcontratação porque é o único laboratório na Beira

Aquisição de serviços e suprimentos		X		1	Tem falta de alguns reagentes ou produtos e falta de equipamentos por depender muito de doadores
Atendimento ao cliente	X			2	
Reclamações	X			2	
Controle de trabalhos de ensaio ou calibrações não conformes	X			2	Faz-se controle e registros dos trabalhos não conforme e possíveis soluções ou correções
Melhoria contínua		X		1	Demoram na apresentação dos resultados por terem muitos clientes, sendo necessário mais equipes
Ação preventiva		X		1	
Ação corretiva		X		1	Tem equipamentos estragados armazenados.
Controlo de registros	X			2	
Auditoria interna	X			2	
Análise crítica pela direção		X		1	Há uma análise fraca por parte da direção, resultando no atraso de apresentação dos resultados
<b>Pontos totais a serem distribuídos</b>	30 Pontos				
<b>Pontos totais obtidos</b>	<b>23 Pontos</b>				

Fonte: Autor, 2023

A- Atende; PA- Pouco Atende; NA- Não atende

De acordo com a tabela de observação dos requisitos de gestão, constatou-se que o laboratório de Higiene de Águas e Alimentos atende nove requisitos (organização; sistema de gestão; controlo dos documentos; análise crítica de propostas, pedidos e contratos; atendimento ao cliente; reclamações; controlo de trabalhos de ensaios ou calibrações não-conformes; controlo de registos e auditoria interna), pouco atende cinco requisitos (aquisição de serviços e suprimentos; melhoria contínua; ação preventiva; ação corretiva e análise crítica pela direção) e não atende um requisito (subcontratação de ensaios e calibrações), portanto, este fato ilustra que o laboratório atende maior parte dos requisitos de gestão preconizados na norma ISO/IEC 17025.

### **Determinação percentual do nível da implementação dos requisitos de gestão no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira com base na Norma ISO/IEC 17025.**

#### **1º Passo (fórmula)**

Ptd-----100%

Pto-----X

#### **2º Passo (resolução)**

30 p-----100%

23 p-----X

**X(%) = 76,66%**

De acordo com os dados e cálculos estatísticos apresentados, conclui-se que o nível de implementação dos requisitos de gestão no Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira é de 76, 66%, o que pode considerar-se satisfatório.

## Determinação do nível de existência dos requisitos de gestão no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira

### 1º Passo (fórmula)

$$RGt \text{-----} 100\%$$

$$RGA \text{-----} X\%$$

### 2º passo (resolução)

$$15 \text{-----} 100\%$$

$$14 \text{-----} X\%$$

$$X(\%) = 93,33\%$$

Constatou-se que no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira existe maior número dos requisitos de gestão, sendo sua existência de 93,33% que é superior a 50% e aproximadamente a 100% preconizados pela Norma ISO/IEC 17025, este fato ilustra que a existência dos requisitos de gestão é muito boa.

Legenda das abreviaturas empregues nas equações acima: Ptd – pontos totais distribuídos; Pto – pontos totais obtidos; X – variável; RGt – Requisitos de gestão totais; RGA – Requisitos de gestão que atende.

Tabela 2: Representação dos resultados da observação dos requisitos técnicos

Requisitos técnicos	A	PA	NA	Pontos máximos A=2 PA=1 NA=0	Observações
Pessoal	X			2	
Acomodações e condições ambientais		X		1	A estrutura do laboratório não esta de acordo com a norma



Aplicação de Métodos Analíticos em Amostras do Cotidiano e Verificação da Implementação da Norma ISO 17025

Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos	X			2	
Equipamentos		X		1	Tem equipamentos danificados e falta de alguns equipamentos
Rastreabilidade da medição	X			2	
Amostragem	X			2	
Manuseio de itens de ensaio e calibração		X		1	
Garantir a qualidade dos resultados de ensaio e calibração		X		1	As vezes há falha nos resultados
Apresentação dos resultados		X		1	Levam muito tempo na apresentação dos resultados, não Cumprindo com a data prevista.
Pontos totais a serem distribuídos	18 Pontos				
<b>Pontos totais obtidos</b>	<b>13 Pontos</b>				

Fonte: Autores, 2023

De acordo com a tabela 2, de observação dos requisitos técnicos, constatou-se que o laboratório atende quatro requisitos (pessoal; métodos de ensaio, calibração e validação de métodos; rastreabilidade de medição e amostragem), pouco atende cinco requisitos

(acomodações e condições ambientais; equipamentos; manuseio de itens de ensaio e calibração; garantir a qualidade dos resultados de ensaio e calibração; apresentação dos resultados) e nenhum requisito técnico que o laboratório não atende, logo, atende muitos requisitos preconizados na norma ISO/IEC 17025, não satisfatório pelo fato de os requisitos que pouco atente serem mais que a metade.

### **Determinação percentual do nível da implementação dos requisitos técnicos no LHAA da cidade da Beira com base na Norma ISO/IEC 17025.**

#### **1º Passo (fórmula)**

Ptd-----100%

Pto-----X

#### **2º passo (resolução)**

18 p-----100%

13 p-----X%

**X(%) = 72,22%**

De acordo com os dados e cálculos estatísticos apresentados, conclui-se que o nível de implementação dos requisitos técnicos no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira é de 72, 22%.

### **Determinação do nível de existência dos requisitos técnicos no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira.**

#### **1º Passo (fórmula)**

Ptd-----100%

Pto-----X

#### **2º passo (resolução)**

9 -----100%

9 -----X%

**X(%) = 100%**

Portanto constatou-se que no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira existe todos os requisitos técnicos preconizados pela Norma ISO/IEC 17025, sendo 100% da sua existência no laboratório.

### **Determinação percentual de existência de todos requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira.**

Para achar-se a percentagem do nível da implementação de todos os requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira, somar-se-á a percentagem obtida no nível da implementação dos requisitos de gestão com a dos técnicos e dividir-se por dois.

#### **1º Passo (fórmula)**

$$X\% = \frac{PORG + PORT}{2}$$

#### **2º Passo (resolução)**

$$X\% = \frac{76,66 + 72,22}{2}$$

$$X\% = 74,44\%$$

Esta percentagem mostra claramente que o nível de existência de todos requisitos da norma ISO/IEC 17025 é bom, uma vez que encontra-se acima de 50%.

### **Determinação percentual de existência de todos requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade da Beira**

#### **1º Passo (fórmula)**

$$X\% = \frac{PERG + PERT}{2}$$

## **2º Passo** (resolução)

$$X\% = \frac{93,33 + 100}{2}$$
$$X\% = 96,665\%$$

Esta percentagem mostra claramente que o nível da implementação de todos requisitos da norma ISO/IEC 17025 é bom, uma vez que encontra-se acima de 50%.

Legenda das abreviaturas empregues nas equações acima: Ptd – pontos totais distribuídos; Pto – pontos totais obtidos; X – variável; PORG – percentagem obtida dos requisitos de gestão; PORT – percentagem obtida dos requisitos técnicos; RTt – Requisitos técnicos totais; RGt – Requisitos de gestão totais; RTA – Requisitos técnicos que atende

Analisando os resultados do nível de implementação e nível de existência dos requisitos da norma ISO/IEC 17025 no LHAA da cidade da Beira, permite inferir que o laboratório dispõe dos requisitos da norma para concorrer a acreditação, portanto precisa de melhorar o nível da implementação.

## **CONCLUSÕES**

Com base na pesquisa feita foram obtidas as seguintes conclusões:

- O nível da implementação dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade é satisfatório, igual a 74,44%, que é um nível superior a 50%;
- O nível de existência dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no Laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade é satisfatório, igual a 96,665%, que é um nível superior a 50%;
- O laboratório de Higiene de Águas e Alimentos da cidade baseia-se numa norma descrita no Boletim da República que é Decreto no53/2013 e Decreto

no 54/2013 de 07 de Outubro, Moçambique Águas, Alimentos e Ambiente, para realização das suas atividades;

- O responsável do laboratório assim como os técnicos tem conhecimento da existência da norma ISO/IEC 17025;
- Os responsáveis do laboratório assim como os técnicos não conhecem o propósito da norma ISO/IEC 17025 bem como as vantagens da sua implementação no laboratório de ensaios e calibração;

## REFERÊNCIAS

ARAÚJO, E. A. S. et al. Rastreabilidade de medição em laboratórios de calibração segundo a ISO/IEC NBR 17025. In: METROLOGIA 2003 – Metrologia para a Vida, Recife, Pernambuco, 2003.

BICHO, G. G.; VALLE B. A Nova norma para laboratórios de Ensaio e Calibração. In: Revista Metrologia Instrumentação – Laboratórios & Controle de Processos, Ano II, n 11, Abril de 2002.

BOLETIM DA REPÚBLICA. Decreto no53/2013 e Decreto no 54/2013, Moçambique Águas, Alimentos e Ambiente, 07 de Outubro de 2013.

COUTINHO, M. A. Implementação dos requisitos da norma ABNT ISO/IEC 17025 a laboratórios: uma proposta de ações para reduzir a incidência de não conformidades nos processos de concessão e manutenção da acreditação pela Cgcre/Inmetro. 2004.

Estrutura Tipo do Governo Distrital da Beira - Decreto nº 6/2006 de 12 de Abril.

FILHO, O. B. Implantação de sistemas de qualidade em laboratórios de ensaio. Revista Analytica, n. 3, Fevereiro de 2003.

LAKATOS, E. M.; MARCONI, M. de A. Fundamentos de metodologia científica. 6ª Edição, Reimp. São Paulo: Atlas, 2007.

MENEZES, M. Estera & SILVA, L. Edna. Metodologia da Pesquisa e Elaboração de Dissertação. 3ª ed; 2001.

MOREIRA, T. Análise da relação entre o tipo de não

- conformidades levantadas em auditoria e as motivações para a implementação dos sistemas de gestão da qualidade segundo a norma ISO 9001. Ramo da Gestão Industrial, Universidade do Minho, Braga. 2012
- MÜLLER, Gabriela. Entendendo a Norma ABNT ISO/IEC 17025:2005. Universidade Federal de Uberlândia. XIV Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica; 2007.
- NAGEL, F. De Brito. Proposta de Método para Implantação da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 em Laboratórios de Ensaio. Santa Maria, RS, Brasil 2013
- Norma Portuguesa NP ISO/IEC 17025. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. ICS, 2005
- SANTOS, L. Lúcia. & MAINIER, B. Fernando. O sistema de gestão da qualidade aplicado em laboratórios de ensaios e calibrações. VII SEGeT – Simpósio de Excelência em Gestão e Tecnologia; 2010
- SANTOS, O. Lucas. Acreditação de Laboratórios de Ensaio e Calibração de acordo com os Requisitos da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Porto Alegre. Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2011.
- SEQUEIRA, M. R. Albina. Requisitos Técnicos da NP EN ISO/IEC 17025 e os Ensaios de Campo de Caracterização de Biogás de Aterro. Instituto Politécnico de Viana do Castelo; 2013.
- SIMAS, C. M. Lygia & BRAGA, Couceiro. Aplicação prática da Norma NP EN ISO/IEC 17025: Apresentação de dois casos de estudo. Lisboa; 2009.
- ZAGO, Elisabete. Estudo da implementação da Norma ISSO/IEC 17027: 2005 numa Organização certificada pela Norma ISSO 900: 2000. Universidade Estadual de Campinas. A.G. 2009.

## Capítulo IX

# Avaliação da Implementação dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no Laboratório de Águas do FIPAG da Cidade da Beira

Manuel A. Muteto  
Carlos J. D. Alface  
Jaime E. Naene  
Antonio F. Mungofa

### INTRODUÇÃO

De acordo com SEQUEIRA (2013, P. 11), a primeira edição da Norma NP EN ISO/IEC 17025 foi elaborada em 1999 e surgiu da experiência da implementação do Guia ISO 25 e da Norma NP EN 45001 que por sua vez foram substituídos pela mesma. Esta menciona todos os requisitos que os laboratórios de ensaios e calibração devem cumprir para demonstrar a sua capacidade de produzir resultados tecnicamente válidos.

Com o aumento das exigências de qualidade nos Laboratórios de Ensaios e Calibrações, assim como a uniformização dos resultados dentro dos mesmos, a Norma ISO/IEC 17025 foi elaborada de modo a atender essas exigências.

Os resultados publicados pelos Laboratórios que satisfazem os requisitos da Norma ISO/IEC 17025, são aceites a nível Internacional. Partindo da ideia de que a qualidade dos serviços e produtos dependente da gestão do sector onde eles são realizados, para os Laboratórios que realizam atividades de ensaios e Calibrações que é o caso do Laboratório do FIPAG apenas pode ter serviços de qualidade se atender adequadamente os requisitos da Norma ISO/IEC 17025. Devido a isso, é fundamental e de forma regular questionar sobre o nível de implementação dos requisitos da Norma.

A presente visa conhecer o nível da implementação dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no Laboratório do Fundo de Investimento e Patrimônio de Abastecimento de Água (FIPAG) da Cidade da Beira. Foi considerado como objectivo específico, identificar o nível de existência dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025, no Laboratório em alusão e verificar o conhecimento da Norma ISO/IEC 17025, por parte dos funcionários do Laboratório. A relevância do estudo centra – se na melhoria da qualidade de gestão de água ao nível do FIPAG.

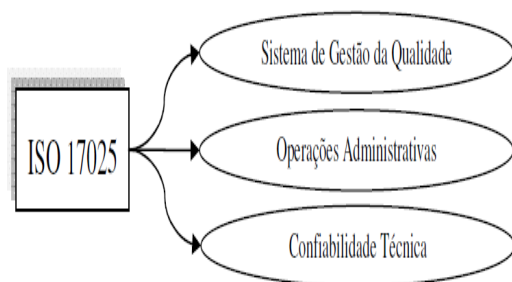
### **Conceito da norma ISO/IEC 17025**

A Norma ISO/IEC 17025 é uma norma internacional, publicada pela International Organization for Standardization (ISO), que define os requisitos gerais que são necessários para o reconhecimento de competência para levar a cabo a realização de ensaios e calibrações, incluindo amostragem, compreendendo 15 requisitos de gestão e 10 requisitos técnicos SIMAS & BRAGA (2009, P. 04). Esta norma ISO/IEC 17025 regula a acreditação de laboratórios de ensaios e de calibração e auxilia no desenvolvimento do seu sistema de gestão para qualidade, operações técnicas e administrativas (MULLER, 2007).

Para Silva (2013, P. 02), a ISO/IEC 17025 apresenta um sistema focado no laboratório de ensaios e calibrações, atuando desde a área administrativa até à área técnica, podendo atender a qualquer tipo de atividade de um laboratório, como mostra a figura 1:



Figura 1: Aspectos gerais cobertos pela ISO 17025.



**Fonte:** Gabriela Muller (2007, P. 03).

## **Metodologia**

### **Método bibliográfico**

Consistiu na pesquisa, para colher informações relevantes relacionadas com o tema com base em artigos científicos, livros, monografias, para levar além a pesquisa e no final ajudar na interpretação e discussão dos resultados.

### **Entrevista**

Entrevista “é obtenção de informações de um entrevistado, sobre determinado assunto ou problema” (MENEZES & SILVA, 2001, P. 33). Na pesquisa a técnica permitiu a coleta de dados junto aos técnicos de laboratório com objectivo de conferir o cenário de gestão baseado na aplicação da Norma ISO/IEC 17025. Para tanto, fizeram parte da entrevista três (3) técnicos e uma (1) responsável, conferindo assim a amostra do estudo, em número de quatro (4).

### **Observação**

Observação “é uma técnica de coleta de dados para conseguir informações e utiliza os sentidos na obtenção de determinados aspectos da realidade. Não

consiste apenas em ver e ouvir, mas também em examinar fatos ou fenômenos que se desejam estudar” (LAKATOS & MARCONI, 2003, P.190). na pesquisa permitiu acompanhar o dia a dia do funcionamento do laboratório por aproximadamente 90 dias, verificando a implementação dos requisitos preconizados pela Norma ISO/IEC 17025.

## **Técnicas de análise de dados**

### ***Análise de conteúdo***

Para o estudo dos dados coletados foi aplicada a análise de conteúdo, que é “um conjunto de técnicas de análise das comunicações, que utiliza procedimentos sistemáticos e objetivos de descrição do conteúdo das mensagens” (BARDIN, 2006, p. 38). Com a técnica, foi feito o juízo de valores por meio de uma avaliação profunda do conteúdo das questões que possibilitaram identificar a evidências em estudo.

### ***Análise estatística***

De acordo com GERHARDT & SIVEIRA (2009) a análise estatística implica o processamento de dados, por meio de geração, de apresentação e de interpretação. Ainda, a descrição das variáveis é imprescindível como um passo para a adequada interpretação dos resultados da investigação.

A análise estatística foi a técnica utilizada para estudar os dados. Para o efeito foram estabelecidos critérios e categorias por forma a facilitar a representação dos resultados em percentagem (%) integrados fundamentalmente em tabelas.

## **Apresentação e discussão dos resultados**

### **Resultados da entrevista**

Por questões éticas o pessoal do laboratório entrevistado será apresentado pelas letras A, B, C e D, em que A é o responsável e B, C e D são os técnicos do laboratório.

Foram colocadas as seguintes questões ao A, B, C e D do Laboratório de água do FIPAG da Cidade da Beira:

a) **As vossas atividade baseiam-se em alguma Norma? Se sim qual é?**

Constatou-se que todos entrevistados (A, B, C e D) afirmaram que era a Lei nº 16/91 e de acordo com o BOLETIM DA REPÚBLICA (2004, P. 369), a Lei nº 16/91, de 3 de Agosto, Lei de águas, atribui ao Ministro da Saúde competências para estabelecer os parâmetros através dos quais se deverá reger controlo da qualidade da água para que seja considerada potável e própria para o consumo humano. Portanto, conclui-se que todos os entrevistados, conheciam a norma que regia no laboratório de água do FIPAG da Cidade da Beira.

b) **Será esta Norma nacional ou Internacional?**

O entrevistado A disse que não sabia se era norma Nacional ou Internacional e B, C e D, disseram que é Internacional, e segundo <http://www.asae.gov.pt/pagina.aspx>, o Decreto-Lei nº 306/2007, de 27 de Agosto que estabelece o regime da qualidade da água destinada ao consumo humano alterado pelo Decreto-Lei nº 92/2010, de 26 de Julho, estabelece o regime da qualidade da água a nível Internacional destinada ao consumo humano, Constatando-se que o A, B, C e D, não sabiam se implementavam norma Nacional ou Internacional.

Conclui-se que a norma que regem no laboratório de água do FIPAG da Cidade da Beira é uma norma

Nacional, mas foi elaborada atendendo padrões Internacionais, extraídos do Decreto-Lei nº 306/2007, de 27 de agosto, que é um decreto Internacional.

c) **Já ouviu falar da Norma ISO/IEC 17025?**

O entrevistado A disse que já ouviu falar, mas onde é aplicada e para que fim não se recordava e B, C e D, afirmaram negativamente, por tanto constatou-se que a maior parte dos funcionários desconhecem a Norma ISO/IEC 17025 e conclui-se que 75%, nunca ouviram falar da Norma ISO/IEC 17025.

Para as perguntas “d” e “e” todos responderam negativamente, ou seja, desconhecem em quantas partes se divide a norma ISO/IEC 17025 e o seu propósito, concluindo-se que os entrevistados desconhecem a existência da Norma ISO/IEC 17025, assim como o objectivo da mesma.

## Resultados da observação

A tabela seguinte apresenta os resultados dos requisitos de gestão da Norma ISO/IEC 17025

**Tabela 1:** Apresentação dos resultados dos requisitos de gestão

REQUISITOS DE GESTÃO					
Requisitos	A	PA	NA	Pontos máximos A = 2 PA = 1 NA = 0	Observações
Organização		X		1	Não há divisão clara de atividades no laboratório entre os técnicos de acordo com as suas competências, razão pela qual alguns realizam ensaios de certos parâmetros com falta de habilidades convencíveis.

Aplicação de Métodos Analíticos em Amostras do Cotidiano e Verificação da Implementação da Norma ISO 17025

Sistema de Gestão	X			2	O Sistema de Gestão no laboratório do FIPAG tem enquadramento na Norma ISO 17025.
Controlo de documentos	X			2	O Controlo de documentos no laboratório do FIPAG está de acordo com a Norma ISO 17025.
Análise crítica de pedidos, propostas e contratos			X	0	O laboratório não atende trabalhos extras, por isso não tem clientes para que esse item seja implementado, apenas atende serviços internos.
Subcontratação de ensaios e calibrações			X	0	Não foi observado este item
Aquisição de serviços e suprimentos	X			2	Satisfaz a Norma ISO 17025.
Atendimento ao cliente			X	0	O laboratório não atende trabalhos extras, por isso não tem clientes para que esse item seja implementado, apenas atende serviços internos.
Reclamações			X	0	O laboratório não atende trabalhos extras, por isso não tem clientes para que esse item seja implementado, apenas atende serviços internos.
Controle de trabalhos de ensaio ou calibrações não conformes	X			2	Apesar de não implementar a Norma ISO 17025, o Controle de trabalhos de ensaio ou calibrações não conformes, fazem o que a norma recomenda.
Melhoria contínua	X			2	Satisfaz a Norma ISO 17025.
Ação preventiva	X			2	Satisfaz a Norma ISO 17025.

Ação corretiva	X			2	No laboratório faz-se Ação corretiva, conforme o que a norma ISO 17025 recomenda.
Controle de registros	X			2	Satisfaz a Norma ISO 17025.
Auditoria interna			X	0	O laboratório não realiza auditoria interna, e pressupõe que não tem conhecimento deste item.
Análise crítica pela direção	X			2	No laboratório faz-se Análise crítica pela direção, conforme o que a norma ISO 17025 recomenda.
<b>Pontos totais que foram distribuídos</b>	<b>30 Pontos</b>				
<b>Pontos totais obtidos</b>	<b>17 Pontos</b>				

**Fonte:** Autores, 2023.

A- Atende; PA- Pouco Atende; NA- Não atende

A tabela 1 acima, mostra que o laboratório atende 57% dos requisitos da norma, 3,33% atende pouco e 33,33% não atende.

De acordo com os cálculos, o laboratório atende acima de 50% dos requisitos de gestão preconizados pela Norma ISO/IEC 17025, ou seja, o nível de implantação é bom.

**Legenda das abreviaturas nas equações:** Ptd – Pontos totais distribuídos; Pto – Pontos totais obtidos; X – Variável; P – Pontuação; PRGPA – Pontuação dos Requisitos Gestão que Pouco Atende; PRGt – Pontuação dos Requisitos de Gestão totais; RGNA – Requisitos de Gestão que Não Atende totais; RG – Requisitos de Gestão; RGt – Requisitos de Gestão totais; RGA – Requisitos Gestão que Atende.

**Tabela 2:** Apresentação dos resultados dos requisitos técnicos

<b>Requisitos Técnicos</b>					
<b>Requisitos</b>	<b>A</b>	<b>PA</b>	<b>NA</b>	<b>Pontos máximos A = 2 PA = 1 NA = 0</b>	<b>Observações</b>
Pessoal	X			2	É competente na leitura dos instrumentos de medições, assim como a norma ISSO 17025, recomenda para os técnicos de laboratórios.
Acomodações e condições ambientais		X		1	O laboratório não possui iluminação suficiente, compartilha a parede de divisão com o edifício onde tem a bomba de sucção de água e essa bomba está constantemente em funcionamento, e cria vibrações nas prateleiras e bancadas e ruído muito forte dentro do laboratório.
Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos	X			2	Apesar de o laboratório do FIPAG não ser acreditado segundo a norma ISO 17025, os Métodos de ensaio, calibração e validação de métodos, que fazem, tem enquadramento nesta norma.
Equipamentos	X			2	O laboratório tem equipamentos bons para atividades que atende.
Rastreabilidade da medição	X			2	A Rastreabilidade da medição no laboratório do FIPAG, tem enquadramento na norma ISO 17025.
Amostragem	X			2	Satisfaz a Norma ISO 17025.
Manuseio de itens de ensaio e calibração	X			2	O laboratório tem pessoal qualificado, que conhecem bem manusear itens de ensaio e calibração conforme a ISO 17025 recomenda.
<b>Pontos totais que foram distribuídos</b>	<b>14 Pontos</b>				

<b>Pontos totais obtidos</b>	<b>13 Pontos</b>
------------------------------	------------------

**Fonte:** Autores, 2023.

De acordo com a tabela 2, observa-se que o laboratório atende 93% dos requisitos técnicos da norma, 7,14% atende pouco e 0% não atende.

De acordo com os cálculos, o laboratório atende acima dos 50% dos requisitos de técnicos preconizados pela Norma ISO/IEC 17025, ou seja, o nível de implementação é excelente.

### **Determinação do nível de existência dos requisitos técnicos no laboratório de água do FIPAG.**

Nota-se que existe todos requisitos técnicos no laboratório de água do FIPAG da Cidade da Beira, concluindo-se que o nível de implementação dos requisitos é inferior que de existência ( $93\% < 100\%$ ).

### **Determinação percentual de implementação de todos requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de água do FIPAG da cidade da beira.**

Para acharmos a percentagem de implementação de todos os requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de água do FIPAG, iremos somar a percentagem obtida na implementação dos requisitos de gestão com a dos técnicos e dividirmos por dois (2).

$$X\% = \frac{PeORG + PeORT}{2} \text{ false}$$
$$X\% = \frac{150\%}{2} \quad X\% = 75\% \quad X\% = \frac{5\% + 9\%}{2}$$



## Determinação percentual de existência de todos requisitos da Norma ISO/IEC 17025 no laboratório de água do FIPAG da cidade da beira

$$X\% = \frac{PeERG + PeERT}{2} \quad X\% = \frac{75\% + 100\%}{2}$$
$$X\% = \frac{167\%}{2} \quad X\% = 83,5\%$$

Concluiu-se dentre os requisitos entre com o da existência, sendo o de implementação inferior que o da existência (75% < 83,5%).

## Legenda das abreviaturas empregues nas tabelas e equações

PRTt – Pontuação dos Requisitos Técnicos totais; RTt – Requisitos Técnicos totais; RT – Requisitos Técnicos; RTNAt – Requisitos Técnicos que Não Atende totais; Pe – Percentagem; PeORT – Percentagem Obtida dos Requisitos Técnicos; PeORG - Percentagem Obtida dos Requisitos Gestão; PeERG – Percentagem de Existência dos Requisitos de Gestão; PeERT - Percentagem de Existência dos Requisitos de Técnicos; PRTPA – Pontuação dos Requisitos Técnicos que Pouco Atende; RTA – Requisitos técnicos que atende.

## Conclusões

Com base na pesquisa realizada chega-se as seguintes conclusões:

- O nível de implementação dos Requisitos da Norma ISO/IEC 17025 é de 75%, esta acima de 50%, sendo que os requisitos técnicos estão acima dos de gestão (93% > 57%)
- O nível de existência dos Requisitos da Norma

ISO/IEC 17025 no Laboratório de Água do FIPAG é de 83,5%, e está acima de 50%.

- Os funcionários do Laboratório de água do FIPAG da Cidade da Beira, desconhecem a Norma ISO/IEC 17025.
- O Laboratório de águas do FIPAG da Cidade da Beira, cumpre a Norma ISO/IEC 17025, com exceção de Análise crítica de pedidos, propostas e contratos, Subcontratação de ensaios e calibrações, atendimento ao cliente, reclamações, auditoria interna.

## Referência

ADMINISTRAÇÃO REGIONAL DE ÁGUAS. Manual de Governança e Substância Regulatórias. Relatório feito em junho de 2016.

BARDIN, L. Análise de conteúdo (L. de A. Rego & A. Pinedo, Trad.). Lisboa: Edições 70. (Obra original publicada em 1977), 2006.

BOLETIM DA REPÚBLICA. Regulamento sobre a Qualidade da Água para o Consumo Humano; 15 de Setembro de 2004.

GERHARDT, T. E., & Silveira, D. T. Métodos de pesquisa. Plageder. 2009.

LAKATOS, E. Maria. & MARCONI. A. Marina. Fundamentos de Metodologia Científica. São Paulo; Atlas, 1993.

LAKATOS, E. Maria. & MARCONI. A. Marina. Fundamentos de Metodologia Científica. 5ª ed. São Paulo; Atlas, 2003.

MENEZES, M. Estera & SILVA, L. Edna. Metodologia da Pesquisa e Elaboração de Dissertação. 3ª ed; 2001.

MÜLLER, Gabriela. Entendendo a Norma ABNT ISO/IEC 17025:2005. Universidade Federal de Uberlândia. XIV Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica; 2007.

NAGEL, F. De Brito. Proposta de Método para Implantação da ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 em Laboratórios de Ensaio. Santa Maria, RS, Brasil, 2013

OLIVEIRA, F. Maxwell. Metodologia Científica: um manual para a realização de pesquisas em administração.

Universidade Federal de Goiás; 2011.

OLIVEIRA, Maxwell de Ferreira. Metodologia científica. Um manual para a realização de pesquisas em administração. Universidade Federal de Goiás; 2011.

PRODANOV, C. Cleber. & FREITAS C. de Ernani. Metodologia do Trabalho Científico. Métodos e Técnicas da Pesquisa e do Trabalho Acadêmico. 2ª ed. Universidade Freevale; 2013.

SANTOS, L. Lucia. & MAINIER. B. Fernando. O sistema de gestão da qualidade aplicado em laboratórios de ensaios e calibrações. VII SEGeT – Simpósio de Excelência em Gestão e Tecnologia; 2010

SANTOS, O. Lucas. Acreditação de Laboratórios de Ensaio e Calibração de acordo com os Requisitos da Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025. Porto Alegre. Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2011.

SEQUEIRA, M. R. Albina. Requisitos Técnicos da NP EN ISO/IEC 17025 e os Ensaios de Campo de Caracterização de Biogás de Aterro. Instituto Politécnico de Viana do Castelo; 2013.

SILVA, Adilson. Ferreira. A Importância do Sistema de Gestão da Qualidade em Laboratórios de acordo com a Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025; Vol. 1, Nº 01, Ano 2013

SIMAS, C. M. Lygia & BRAGA, Couceiro. Aplicação prática da Norma NP EN ISO/IEC 17025: Apresentação de dois casos de estudo. Lisboa; 2009

## SOBRE OS AUTORES

**Antonio Inacio Comando Suluda**, é Doutor em Meio Ambiente Escola Técnica Superior de Engenheiros Civis, Canais e Portos (UPM) da Universidade Politécnica de Madrid. Email para contato: [suluda@hotmail.com](mailto:suluda@hotmail.com)

**António Fumo Mungofa**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. Mestrando em Química e Processamento de Recursos Locais na Universidade Eduardo Mondlane - Moçambique. E-mail para contato: [amungofa2016@gmail.com](mailto:amungofa2016@gmail.com)

**Carlos José Domingos Alfaced**, é mestre em Ensino de Química pela Universidade Pedagógica de Maputo (UPM). Doutorando em Química Analítica pela Universidade Federal de Uberlândia (UFU). E-mail para contato: [carloalfaced9@gmail.com](mailto:carloalfaced9@gmail.com)

**Eduardo Frederico Machava**, é licenciado em Ensino de Biologia com habilitações em ensino de Química Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [eduardomachava@gmail.com](mailto:eduardomachava@gmail.com)

**Isaura Antonio Armando**, é licenciada em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [isauraarmando@gmail.com](mailto:isauraarmando@gmail.com)

**Jaime Ernesto Naene**, é graduado em Ensino de Química pela Universidade Pedagógica de Maputo. Pós-graduando em Química Ambiental. Mestre em Educação pela Universidade Europeia do Atlântico (UNEATLANTICO). Mestrando em Saúde Pública na Universidade Chipande de Moçambique. E-mail para contato: [jaime-naene@gmail.com](mailto:jaime-naene@gmail.com)

**Gaspar Paulino Mahingue**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [gasparmahingue@gmail.com](mailto:gasparmahingue@gmail.com)

**Luís Agostinho Paulo**, é licenciado em Ensino de Biologia com habilitações em ensino de Química Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [luispaulo@gmail.com](mailto:luispaulo@gmail.com)

**Manuel Antonio Muteto**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [mmuteto2016@gmail.com](mailto:mmuteto2016@gmail.com)

**Manuel Lino Matute**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [manuelmatute@gmail.com](mailto:manuelmatute@gmail.com)

**Márcio Abílio Mário Jone**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [marcioabilio01@gmail.com](mailto:marcioabilio01@gmail.com)

**Francisco Jaime Meque**, é licenciado em Ensino de Química com habilitações em Gestão de Laboratórios pela Universidade Licungo – Moçambique. E-mail para contato: [franciscojaime@gmail.com](mailto:franciscojaime@gmail.com)



Esta obra foi composta em fonte Montserrat  
pela Editora Aluz em setembro de 2023.





